

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

ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКА МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Методические указания
к выполнению лабораторных работ
для обучающихся по направлению подготовки
35.03.07 Технология производства и переработки
сельскохозяйственной продукции

Краснодар
КубГАУ
2020

Составители: Н. С. Безверхая, Т. Н. Садовая

Технологическая химия и физика молока и молочных продуктов : метод. указания к выполнению лабораторных работ / сост. Н. С. Безверхая, Т. Н. Садовая. – Краснодар : КубГАУ, 2020. – 41 с.

Методические указания включают: цель работ, особенности техники выполнения работы, порядок оформления отчета о выполнении работы, контрольные вопросы и список литературы.

Методические указания предназначены для обучающихся по направлению подготовки 35.03.07 Технология производства и переработки сельскохозяйственной продукции.

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

Председатель
методической комиссии

Е. В. Щербакова

- © Безверхая Н. С., Садовая Т.Н.,
составление, 2020
ФГБОУ ВО «Кубанский
- © государственный аграрный
университет имени
И. Т. Трубилина», 2020

ОГЛАВЛЕНИЕ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1	
Рефрактометрические методы анализа составных частей молока и молочных продуктов	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2	
Сравнительный анализ определения массовой доли жира в молоке методом Гербера и экспресс-методом с применением ультразвукового анализатора «Лактан 1-4»	12
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3	
Определение поверхностного натяжения молока и кисломолочных продуктов	19
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4	
Методы определения вязкости молока и кисломолочных продуктов	23
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5	
Определение эффективности гомогенизации молока	29
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6	
Определение состава и свойств сливочного масла	32
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	40

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Цель работы: освоить рефрактометрический метод анализа на примере определения концентрации отдельных компонентов молока и молочных продуктов; изучить сущность рефрактометрического метода анализа и конструктивные особенности рефрактометра; апробировать метод рефрактометрии при анализе отдельных компонентов молока и молочных продуктов.

Приборы, материалы и реактивы: рефрактометр марки РЛ-3; РПЛ-3 или ИРФ-464; термометр спиртовой; баня водяная; раствор CaCl_2 концентрацией 40 %.

Теоретические сведения

Если монохроматический луч A проходит через поверхность раздела двух сред, то одна часть света A' отражается от поверхности раздела, а другая часть B проходит через вторую среду, изменяя при этом направление (рисунок 1). Эту часть монохроматического света называют преломленным светом. Преломление луча света описывается законом Снелля

$$n_1 \cdot \sin\alpha = n_2 \cdot \sin\beta,$$

где α – угол падения;

β – угол преломления;

n_1 и n_2 – показатель преломления 1-й и 2-й сред.

Метод рефрактометрии основан на определении показателя преломления (рефракции), который зависит от температуры и концентрации раствора, а также от длины волны проходящего света.

Каждое вещество в смеси сохраняет преломляющую способность, и показатель преломления смеси соответствует сумме показателей преломления всех входящих в смесь компонентов.

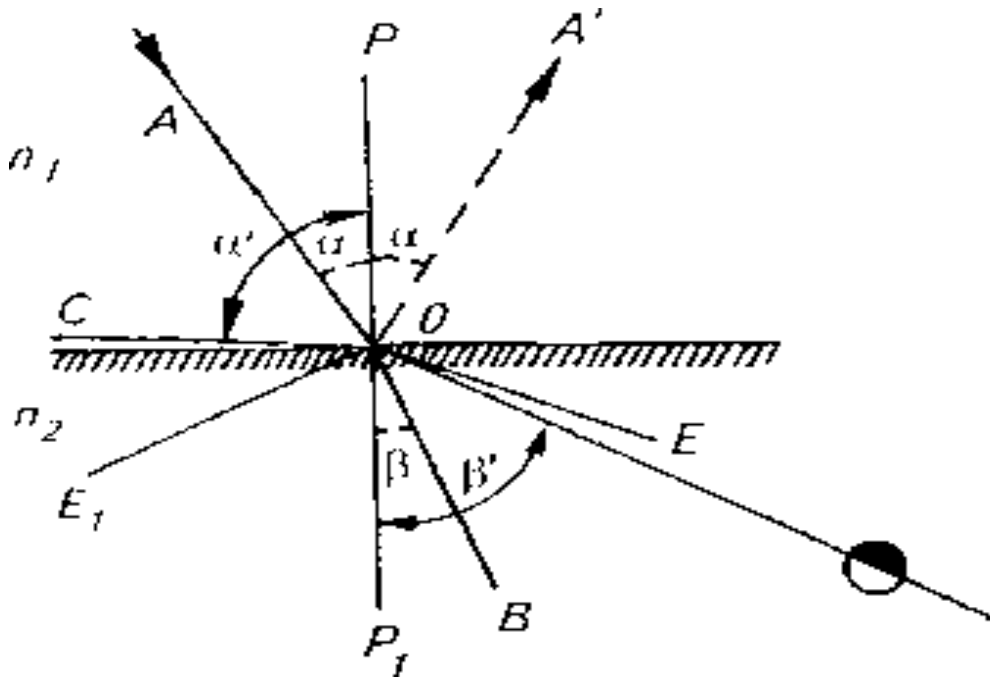


Рисунок 1 – Схема преломления луча света

При прохождении луча света из одной среды в другую, например из воздуха в стекло, он направлен по прямой, когда падает перпендикулярно на поверхность раздела двух сред. Если луч света падает под некоторым углом, он преломляется и отношение синуса угла падения (угол между направлением падающего луча и перпендикуляром к поверхности раздела сред) к синусу угла преломления (угол между направлением преломленного луча к перпендикуляру поверхности раздела) является постоянной величиной и выражается как показатель преломления, в данном случае стекла по отношению к воздуху.

Если луч света A направлен под углом α из среды с меньшим показателем преломления в среду с большим показателем преломления, то, изменив направление, он приближается к перпендикуляру PP_1 и угол преломления β будет меньше угла падения α . Если луч B переходит из среды более плотной в среду менее плотную, то, преломляясь, он удаляется от перпендикуляра и занимает положение луча A . Если при переходе из менее плотной среды в более плотную падающий луч C образует с перпендикуляром угол α' , приближающийся к 90° , то соответствующий ему луч преломления D будет давать с перпендикуляром угол β' , лежащий в меньшей угловой области. Так как угол падения не может быть больше 90° , то соответствующий ему преломленный луч D является пограничным лучом распространения света в этой среде.

Луч света E , падающий под углом, больше предельного, не преломляется, а полностью отражается; он претерпевает «полное внутреннее отражение» от границы раздела, приобретая направление OE_1 . С правой стороны от луча D будет темнота, а с левой – свет. При переходе к полному отражению резко возрастает яркость света и это дает возможность установить направление предельного угла.

Устройство рефрактометров основано на явлении полного внутреннего отражения на границе раздела двух сред, из которых одна – более плотная. Рефрактометры имеют две призмы: измерительную и осветительную. Измерительная призма изготовлена из оптического стекла с высоким известным показателем преломления.

Одна из ее граней служит границей раздела, где происходят преломление и полное внутреннее отражение. Рефрактометры различаются величиной показателя преломления измерительных призм, поэтому величина измеряемых показателей преломления в них находится только в определенных пределах.

Применяемые рефрактометры показывают не угол полного внутреннего отражения, а непосредственно показатель преломления – процент сухого вещества (по сахарозе) или по условной шкале – число рефракции. В зависимости от исследуемых веществ и условий, для которых составлены таблицы измерения, анализ выполняют при температурах 17,5; 20 и 40 °С. Постоянную температуру поддерживают с помощью ультратермостата.

При рефрактометрировании в качестве источника света используют натриевое пламя, естественный дневной свет или электролампы (75-100 В). При естественном освещении и свете электролампы вследствие рассеивания лучей света граница светотени получается радужная, расплывчатая. Это явление устраняют с помощью компенсатора дисперсии (призмы Амичи), устанавливаемого перед объективом зрительной трубы. Тогда при температуре 20 °С получают показатель преломления n_D^{20} , соответствующий линии D натриевого пламени.

Для определения составных частей молока применяют различные рефрактометры Аббе, ИРФ-454 и др. Рефрактометр ИРФ-454, предназначенный для измерения показателя преломления и средней дисперсии неагрессивных жидкостей и твердых тел, служит для экспресс-анализа концентрации лактозы в молоке и молочных продуктах, а также сахарозы в пищевых продуктах, массовой доли сухих веществ в сгущенном молоке с сахаром. Все измерения проводят

в видимой части спектра. Показатель преломления прозрачных сред определяют в проходящем свете, а полупрозрачных – в отраженном.

Для экспресс-анализа концентрации определенных составных частей молока и молочных продуктов применяют рефрактометр ИРФ-464. Его можно использовать для определения массовой доли белка в молоке по разности показаний для молока и сыворотки на шкале «Белок», а также других нежировых компонентов молока и жидких молочных продуктов. Анализу подлежит молоко коровье (сырое сборное или от отдельных животных, пастеризованное, обезжиренное) кислотностью не выше 28 °Т. Условия эксплуатации рефрактометра: температура 10-35°С, влажность – 80 % при температуре 25°С. Диапазон измерения показателя преломления от 1,325 до 1,360.

Рефрактометр ИРФ-464 (рисунок 2, а) состоит из рефрактометрического блока 4, трубы 5 и стойки 7. Для нанесения исследуемой жидкости на измерительную призму, оправа осветительной призмы с помощью рукоятки 3 откидывается в крайнее левое положение. В корпусе трубы установлены окуляр, шкала, объектив, призма прямого зрения, диафрагма и поворотное зеркало. Окуляр 7 может быть установлен на резкость в пределах ±5 диоптрий.

Устранение окрашенности границы раздела светотени достигается поворотом кольца 2 по часовой или против часовой стрелки. Вращая отверткой винт 6, поворачивают зеркало и устанавливают начало отсчета (по контрольной призме или дистиллированной воде). Для контроля температуры окружающего воздуха на стойке закреплен термометр в оправе 8 с пределом измерения от 10 до 35 °С и ценой деления 0,5 °С.

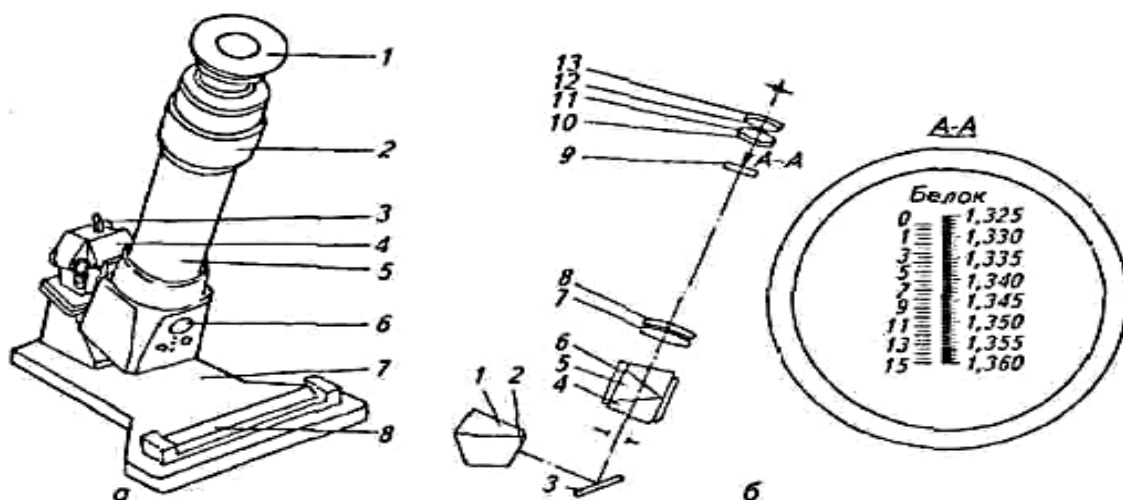


Рисунок 2 – Рефрактометр ИРФ-464:

а – внешний вид: 1–окуляр; 2–кольцо; 3–рукоятка; 4–

рефрактометрический блок; 5—труба; 6—винт; 7—стойка; 8—термометр в оправе;

б—оптическая схема: 1—осветительная призма; 2—измерительная призма; 3—поворотное зеркало; 4—6—призма прямого зрения; 7,8—линзы объектива; 9—шкала; 10-13—линзы окуляра

Влияние температуры на показатель преломления исключается самим принципом рефрактометрического метода: разность показателей преломления двух жидкостей (водных растворов компонентов молока), определяемых при одинаковых условиях, практически постоянна при изменении температуры от 10 до 35 °С. Вследствие этого рефрактометрический блок не термостатирован. Оптическая схема рефрактометра ИРФ-464 (рисунок 2, б) состоит из рефрактометрического блока, представляющего собой осветительную 1 и измерительную 2 призмы; поворотного зеркала 3; призмы прямого зрения 4-6; линз 7; объектива 8; шкалы 9; линз 10-13 окуляра.

Призма прямого зрения предназначена для устранения окрашенности границы раздела светотени и имеет возможность поворота вокруг своей оси на угол ± 45 . Несколько капель исследуемой жидкости помещают между гранями осветительной призмы 1 с матовой гранью и измерительной призмы 2 с полированной гранью.

Так как показатель преломления жидкостей, измеряемых на рефрактометре, меньше показателя преломления призмы 2, то лучи всех направлений, преломившись на границе измеряемой жидкости и стекла, переходят в призму 2.

При рассмотрении пучка лучей, выходящих из призмы 2 в зрительную трубу, нижняя часть ее поля зрения будет освещена, а верхняя останется темной. В этом положении граница раздела светотени определится лучом, выходящим из призмы под предельным углом. Граница светотени, наблюдаемая в окуляр, соответствует предельному углу преломления из измеряемой жидкости. Установив границу раздела света и тени и устранив ее окрашенность, выполняют отсчет.

При исследовании молока и молочных продуктов метод основан на измерении показателей преломления молока и безбелковой молочной сыворотки, полученной из того же образца молока, разность между которыми прямо пропорциональна массовой доле белка в молоке.

Массовую долю белка определяют по разности показателей преломления света в молоке и безбелковой сыворотке по шкале «Белок», массовую долю сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО)—

по разности показателей преломления в молоке и дистиллированной воде, массовую долю лактозы – по разности показателей преломления безбелковой молочной сыворотки и дистиллированной воды.

Массовая доля белка в молоке (%) рассчитывается по формуле

$$B_m = X_1 - X_2,$$

где X_1 – среднее арифметическое показаний по шкале «Белок» для молока, %;

X_2 – среднее арифметическое значение показаний по шкале «Белок» для безбелковой сыворотки, %.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных вычислений массовой доли белка, округляя результат до второго десятичного знака.

Для определения массовой доли лактозы и СОМО в молоке на измерительную призму рефрактометра наносят 1-2 капли дистиллированной воды и снимают показания по шкале «Белок». Массовая доля лактозы (%):

$$Л = X_2 - X_3,$$

где X_3 – показания по шкале «Белок» для дистиллированной воды, %.

Массовая доля СОМО (%)

$$\text{СОМО} = X_1 - X_3,$$

По шкале «Белок» можно определить массовую долю казеина и сывороточных белков. Массовая доля казеина в молоке (%):

$$К = (X_1 - X_{\text{к.с.}}) - 1,1012,$$

где $X_{\text{к.с.}}$ – показания по шкале «Белок» для безказеиновой сыворотки, %.

Для получения безказеиновой сыворотки во флакон вносят 5 см³ молока, добавляют 10 капель раствора уксусной кислоты с массовой долей 10 %.

Массовую долю сывороточных белков СБ (%) в молоке рассчитывают по формуле

$$СБ = Б_M - К,$$

Массовую долю азотистых веществ А, %, (белок и небелковые азотные соединения) рассчитывают по формуле

$$А = Б_M - 1,0855$$

Методика выполнения работы

Определение содержания молочного сахара в молоке.

В лабораторных условиях используют рефрактометры РЛ-2, РПЛ-3.

Предварительно проверяют нулевую точку прибора по дистиллированной воде ($n_{H_2O}^{20} = 1,333$). Для этого наносят на нижнюю призму 1-2 капли дистиллированной воды, закрывают верхнюю призму. Луч света направляют зеркалом прибора на осветительную призму (или направляют луч осветителя на призму), устанавливают окуляр рукояткой на резкость видимости по шкале прибора и визирной линии (представляющей собой три штриха). Окуляр перемещают до совпадения визирной линии с границей светотени. При правильной установке прибора граница светотени при 20 °С должна совпадать с нулевым делением шкалы сухих веществ и делением 1,333 шкалы показателя преломления. Если нулевая линия не совпадает, то проводят настройку прибора специальным ключом. После настройки прибора призмы насухо вытирают мягкой тканью.

Приготавливают сыворотку молока осаждением белков хлористым кальцием. Вносят 5 см³ исследуемого молока в пробирку на 10 см³, прибавляют 5-6 капель раствора СаСl₂, закрывают резиновой пробкой. Пробирку помещают на 10 мин в водяную баню при температуре кипения, затем охлаждают водой до температуры 20 °С.

Пипеткой втягивают немного прозрачной жидкости из пробирки и наносят капли сыворотки на нижнюю призму рефрактометра. Наблюдая в окуляр, вращением рукоятки компенсатора дисперсии, устраняют расплывчатость и радужность окраски границы светотени. Передвижением окуляра добиваются полного совпадения граничной линии с визирным указателем и отсчитывают показатель преломления сыворотки по нижней шкале рефрактометра.

Измерение проводят 3-5 раз, берут среднее. По таблице 1 находят процентное содержание молочного сахара в молоке.

Таблица 1 – Процентное содержание молочного сахара в молоке

Коэффициент преломления n	Содержание молочного сахара, %	Коэффициент преломления n	Содержание молочного сахара, %
1,3406	3,77	1,3420	4,49
1,3407	3,82	1,3421	4,54
1,3408	3,87	1,3422	4,59
1,3409	3,93	1,3423	4,64
1,3410	3,98	1,3424	4,69
1,3411	4,03	1,3425	4,74
1,3412	4,08	1,3426	4,79
1,3414	4,18	1,3428	4,89
1,3415	4,23	1,3429	4,95
1,3416	4,28	1,3430	5,00
1,3417	4,33	1,3431	5,05
1,3418	4,38	1,3432	5,10
1,3419	4,44	1,3433	5,15

Определение влаги в сгущенном молоке с сахаром. При производстве сгущенного молока с сахаром необходимо быстро установить окончание процесса выпаривания. Этот анализ проводят при непосредственном отборе из вакуум-выпарного аппарата. После отбора пробы и быстрого перемешивания каплю сгущенного молока наносят на призму рефрактометра РЛ –2, РПЛ –3. Показание рефрактометра отсчитывают при 20 °С по правой шкале, которая для цельного сгущенного молока соответствует проценту сухого остатка. Для определения процентного содержания влаги полученную цифру вычитают из 100.

Если содержание влаги определяют в охлажденном сгущенном молоке (готовый продукт), то перед рефрактометрией необходимо кристаллы лактозы перевести в раствор. Для этого около 10 г хорошо перемешанного сгущенного молока помещают в широкую короткую пробирку с резиновой пробкой и вставленным в нее термометром. Закрыв пробирку так, чтобы термометр был погружен в сгущенное молоко, опускают ее в воду при температуре 75 °С до нижнего уровня пробирки. Когда температура в сгущенном молоке поднимется до 75 °С, выдерживают его при этой температуре 30 мин.

По истечении 30 мин пробирку со сгущенным молоком вынимают из горячей воды и помещают в воду с температурой 20 °С, где оставляют в покое, пока сгущенное молоко не достигнет этой температуры. Далее процентное содержание влаги рассчитывают, вычитая

полученную цифру из 100.

Контрольные вопросы

1. Какова физическая сущность рефрактометрического метода анализа?
2. На чем основан принцип работы рефрактометра?
3. Каково устройство рефрактометра РЛ –2, РПЛ –3?
4. Какие основные узлы рефрактометра, в чем состоит принцип их работы?
5. Какова оптическая схема рефрактометра ИРФ-464? Какие составные части молока можно определить на рефрактометрах Аббе, ИРФ-454, ВНА464 ?
6. Каковы условия построения градуировочного графика?
7. Где применяется рефрактометрический метод анализа?
8. Как влияет температура на показатель преломления?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В МОЛОКЕ МЕТОДОМ ГЕРБЕРА И ЭКСПРЕСС-МЕТОДОМ С ПРИМЕНЕНИЕМ УЛЬТРАЗВУКОВОГО АНАЛИЗАТОРА «ЛАКТАН 1-4»

Цель работы: оценить точность методов и принципы применения; освоить методику работы на анализаторе «Лактан 1-4»; сравнить стандартный метод Гербера (ГОСТ 5867-69) определения МДЖ в молоке с экспресс-методом на анализаторе «Лактан 1-4»; сравнить точность и воспроизводимость методов и границы их применения.

Приборы, материалы и реактивы: жиромеры молочные типа 1-б; центрифуга для определения массовой доли жира; анализатор «Лактан 1-4»; термометр спиртовой; баня водяная; кислота серная ($\rho = 1810 - 1820 \text{ кг/м}^3$); спирт изоамиловый.

Теоретические сведения

В основу работы анализатора «Лактан 1-4» положен принцип измерения скорости ультразвука, которая является функцией массовой доли жира и СОМО в молоке. Встроенный в анализатор ультразвуко-

вой генератор излучает ультразвуковые колебания определенной частоты, которые измеряются пьезоэлементом. Изменение частоты колебаний в измерительной ячейке зависит от массовой доли жира и СОМО в пробе молока.

Измерения в ячейке производятся при двух температурах: 41 °С и 65 °С. Далее измеренные данные поступают на микро-ЭВМ, которая делает вычисления МДЖ и СОМО по следующим формулам

$$F = C_f - \left(\frac{5 \cdot B_f}{F_{\text{изм}(41)}} - \frac{5 \cdot A_f}{F_{\text{изм}(65)}} \right);$$

$$S = \left(\frac{5 \cdot A_s}{F_{\text{изм}(41)}} - \frac{5 \cdot B_s}{F_{\text{изм}(65)}} \right) - C_s,$$

где $F_{\text{изм}(41)}$, $F_{\text{изм}(65)}$ – частота генератора при температуре пробы молока 41 °С и 65 °С;

A_f , B_f , C_f – коэффициенты линейной регрессии для жира;

A_s , B_s , C_s – коэффициенты линейной регрессии для СОМО;

F , S – массовая доля жира и СОМО в пробе молока.

Сам анализатор состоит из корпуса и двух деталей передней панели. В корпусе анализатора находятся: источник питания, насос, плата измерения, плата микро-ЭВМ, плата управления насосом.

На задней панели анализатора установлены держатель предохранителя, сетевой тумблер и шнур питания с вилкой для подключения прибора к сети 220 В, входной и выходной штуцер для промывки.

На передней панели прибора расположены плата индикации результатов измерения, пробтоотборник и кнопка «ПУСК».

Работа прибора происходит следующим образом. При установке стаканчика с пробой молока в нишу прибора и нажатии кнопки «ПУСК» молоко из стаканчика закачивается насосом 7 в измерительную ячейку 2 (рисунок). Микро-ЭВМ 3 выдает сигнал «Забор пробы» на узел управления насосом 4, который преобразуется в сигнал «Вкл. вперед». При этом включается двигатель насоса и происходит забор пробы молока из стаканчика.

При поступлении пробы молока происходит автоматический запуск генератора измеряемой частоты 5. Генератор выдает на измерительную ячейку передающий сигнал с амплитудой 30 В и длительностью 100 нс, который преобразуется в акустический сигнал. Акусти-

ческий сигнал распространяется в измерительной ячейке в течение времени от 60 до 70 мкс в зависимости от массовой доли жира и СОМО в пробе молока.

Акустический сигнал, воздействуя на приемный пьезоэлемент измерительной ячейки 2, вырабатывает приемный сигнал, который разрешает запуск генератора.

В измерительной ячейке в течение 1,5 мин происходят нагрев и термостатирование пробы молока при 41 °С. При поступлении сигнала «ДТ» с измерительной ячейки 2 и сигнала «Вкл. нагрева» с микро-ЭВМ 3 узел термостатирования 1 включает нагреватель, выдавая импульс «Нагрев». По истечении времени 1,5 мин микро-ЭВМ выполняет программу измерения частоты генератора $F_{изм(41)}$ при температуре 41 °С. Измерение происходит в течение 5 с. Затем микро-ЭВМ выдает сигнал «Переключение температуры на узел термостатирования 1». Нагрев и термостатирование пробы молока в измерительной ячейке, а также измерение частоты генератора $F_{изм(65)}$ при температуре 65 °С происходит аналогично рассмотренному ранее как при 41 °С.

По измеренным значениям $F_{изм(41)}$ и $F_{изм(65)}$ микро-ЭВМ производит вычисления МДЖ и СОМО.

Результаты вычисления F и S отображаются на цифровом табло схемой индикации 6. Переключение отображения F и S происходит каждые 5 с. После вычисления F и S производится слив пробы молока в стаканчик. Микро-ЭВМ выдает сигнал «Слив пробы» на узел управления насосом 4, который преобразуется в сигнал «Вкл. назад».

Порядок работы с анализатором

1. Установить прибор на рабочее место, обеспечив удобство работы и условия естественной вентиляции.
2. Подсоединить шнур к напряжению сети. Переключатель сети должен находиться в выключенном состоянии.
3. Переключатель «СЕТЬ» установить в положение «ВКЛ.». На индикаторе появится «запятая».
4. Прогреть прибор 30 мин.
5. Подготовка свободной от газов дистиллированной воды:
 - а) колбу на 0,5 – 1 дм³ заполнить дистиллированной водой, кипятить 10-15 мин;
 - б) охладить воду в закрытой колбе до температуры 30-35 °С. После охлаждения дистиллированная вода пригодна для проведения

контрольных измерений в течение двух часов.

Контроль функционирования анализатора

1. Налить в стаканчик дистиллированную воду, приготовленную ранее.

2. Установить стаканчик в нишу анализатора передней части корпуса.

3. При установке стаканчика обратить внимание на правильность установки (стаканчик должен нажать на кнопку «ПУСК»). При этом произойдет забор воды в измерительную ячейку анализатора из стаканчика, слив и повторный забор (для улучшения перемешивания пробы). Через 3,5 мин результат измерения высвечивается на цифровом индикаторе и происходит слив воды в стаканчик. 4. Вынуть стаканчик, вылить воду и еще раз повторить 2-3 раза вышеуказанные измерения, если результаты на индикаторах при измерении массовой доли жира и СОМО, полученные по дистиллированной воде, не превышают значение равное 0,03, то анализатор готов к измерениям.

Отбор проб и подготовка их к применению

1. Отбор проб и подготовку выполняют согласно ГОСТ 26809-86 и ГОСТ 13928-84.

2. При наличии отстоявшегося слоя жира (сливок) пробу молока нагреть на водяной бане до 40-45 °С, перемешать и охладить до температуры 30-35°С.

Проведение анализов

1. Подготовить пробу молока к измерению массовой доли жира и СОМО.

2. Установить стаканчик с пробой молока в нишу под пробозаборником и нажать на кнопку «ПУСК».

3. Через время не более 3,5 мин произойдет вывод значений массовой доли жира (F_k) и СОМО (S_k) на индикаторе и слив пробы в стаканчик.

4. Зафиксировать результаты измерения.

5. Вынуть стаканчик с пробой молока из ниши анализатора и промыть анализатор.

Промывка анализатора

Если промежуток времени между проведением двух последовательных анализов более одного часа, то промывку произвести в следующей последовательности:

а) Подогреть водопроводную воду 200-250 см³ до температуры 70-80 °С.

б) Налить в стаканчик и установить в нишу прибора.

в) Нажать на кнопку «ПУСК».

г) После первого забора и слива воды вынуть стаканчик из ниши. д) Вылить мутную воду и повторить не менее 8 раз, пока не будет чистая вода в стаканчике после промывания (без мути).

е) Ежедневно после окончания работы промыть прибор с добавлением в подогретую воду до 70-80 °С синтетического моющего средства.

Методика выполнения работы

Для проведения сравнительной оценки точности и воспроизводимости двух методов определения МДЖ в молоке необходимо выполнить анализы по определению не менее 4-5 раз кислотным методом Гербера (ГОТ 5867-90) и на анализаторе «Лактан 1-4» (в двух параллельных сериях).

По результатам вычисления определить значения четырех величин, характеризующих точность метода: верхнего доверительного предела для генеральной дисперсии δ , погрешности измерения ε , сходимости d'_c и воспроизводимости d_c измерений.

Для вычисления верхнего доверительного предела генеральной дисперсии δ необходимо вычислить выборочную дисперсию S^2 по формуле

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(x - x_i)^2}{n - 1},$$

где x – среднее арифметическое;

x_i – текущее значение измеряемой величины;

n – число измерений.

Выборочная дисперсия – мера разброса данных, составляющих

исследуемые значения, называемых выборкой. При $n \rightarrow \infty$ выборочная дисперсия стремится к некоторой постоянной величине – генеральной дисперсии δ .

Случайная погрешность связана с генеральной дисперсией соотношением:

$$\varepsilon = t \cdot \delta,$$

где t – значение критерия Стьюдента при числе степеней свободы, выбранном в соответствии с доверительной вероятностью;

δ – генеральная дисперсия (стандартное отклонение).

В практике молочной промышленности для вычисления среднего значения генеральной дисперсии δ используют доверительную вероятность, равную 0,95, для вычисления верхнего доверительного предела 0,925. Поэтому для вычисления $\delta_{\text{верх}}$ используют формулу

$$\delta_{\text{верх}}^2 = S^2 \cdot \frac{f}{\chi^2},$$

где f – число степеней свободы выборочной дисперсии (таблица 2);

χ – критерий Пирсона при данном числе степеней свободы и выбранной доверительной вероятности (таблица 3).

Сходимость измерений связана с генеральной дисперсией:

$$d' = 2,772 \cdot \delta$$

Воспроизводимость измерений d_c – максимальное допустимое расхождение между средними значениями измерений рассчитывается по формуле

$$d_c = t \cdot \delta \cdot \sqrt{\frac{n_1 + n_2}{n_1 \cdot n_2}},$$

где n_1, n_2 – число параллельных измерений в сериях измерений.

На основании расчетов составляют таблицу конечных результатов опытных данных и выводы о применимости методов определения МДЖ в молоке.

Таблица 2 – Значения критерия Стьюдента $t (P; f)$ при различных

уровнях значимости

Число степеней свободы f	Уровень значимости q		Число степеней свободы f	Уровень значимости q	
	0,05	0,01		0,05	0,01
1	12,71	63,66	11	2,20	3,11
2	4,30	9,93	12	2,18	3,06
3	3,18	5,84	13	2,16	3,01
4	2,78	4,60	14	2,15	2,98
5	2,57	4,03	30	2,04	2,75
6	2,45	3,71	40	2,02	2,70
7	2,37	3,50	60	2,00	2,66
8	2,31	3,36	120	1,98	2,62
9	2,26	3,25	∞	1,96	2,58
10	2,23	3,17			

Таблица 3 – Значения критерия χ^2 при различных уровнях значимости

Число степеней свободы f	Уровень значимости q		Число степеней свободы f	Уровень значимости q	
	0,05	0,01		0,05	0,01
1	3,88	6,6	16	26,3	32,0
2	6,0	9,2	17	27,6	33,4
3	7,8	11,3	18	28,9	34,8
4	9,5	13,3	19	30,1	36,2
5	11,1	15,1	20	31,4	37,6
6	12,6	16,8	21	32,7	38,9
7	14,1	18,5	22	33,9	40,3
8	15,5	20,1	23	35,2	41,6
9	16,9	21,7	24	36,4	43,0
10	18,3	23,2	25	37,7	44,3
11	19,7	24,7	26	38,9	45,6
12	21,0	26,2	27	40,1	47,0
13	22,4	27,7	28	41,3	48,3
14	23,7	29,1	29	42,6	49,6
15	25,0	30,6	30	43,8	50,9

Контрольные вопросы

1. Каков принцип работы анализатора «Лактан 1-4»?
2. Чем схожи и чем отличаются методы Гербера и определения массовой доли жира на анализаторе «Лактан 1-4»? Какие достоинства и недостатки обоих методов?

3. Какие еще методы определения массовой доли жира Вы знаете?

4. Каковы сравнительная точность методов и границы их применения?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Цель работы: освоить сталагмометрический метод определения поверхностного натяжения молока и молочных продуктов; изучить сущность сталагмометрического метода определения поверхностного натяжения; апробировать сталагмометрический метод определения поверхностного натяжения в молоке и молочной сыворотке.

Приборы и материалы: термометр спиртовой; сталагмометр; металлический штатив с винтовым зажимом; секундомер; баня водяная.

Теоретические сведения

Молекулы жидкости, расположенные на поверхности жидкости или находящиеся от нее на расстоянии меньшем, нежели радиус сферы молекулярного взаимодействия, испытывают одностороннее притяжение со стороны молекул жидкости, лежащих внутри ее.

Поверхностные явления выражаются в том, что состояние находящихся в поверхностном слое молекул иное по сравнению с молекулами, находящимися в объеме тела. Молекулы в объеме тела равномерно окружены такими же молекулами, и поэтому их силовые поля полностью скомпенсированы. Молекулы поверхностного слоя взаимодействуют как молекулами одной фазы, так и с молекулами другой фазы, в результате чего равнодействующая молекулярных сил в поверхностном слое не равна нулю и направлена внутрь той фазы, с которой взаимодействие больше. Таким образом, возникает поверхностное натяжение δ , стремящееся сократить поверхность.

Поверхностное натяжение можно представить и как энергию переноса молекул из объема тела на поверхность или как работу образования единицы поверхности. Поверхностное натяжение можно вы-

разить частной производной от энергии Гиббса (G) по величине межфазной поверхности (S) при p и $T = \text{const}$:

$$\delta = \frac{G}{S}$$

Таким образом, под поверхностным натяжением жидкости понимают силу, действующую на единицу длины контура границы раздела и обуславливающую сокращение поверхности жидкости. Единица измерения этой величины выражается дин/см или Дж/м². В системе СИ единица измерения – Н/м.

Существующие методы определения поверхностного натяжения делятся на три группы: статические, полустатические и динамические.

Статическими методами определяется поверхностное натяжение практически неподвижных поверхностей, образованных задолго до начала измерений и поэтому находящихся в равновесии с объемом жидкости. К этим методам относятся методы капиллярного поднятия и лежащей или висящей капли (пузырька).

Динамические методы основаны на том, что некоторые виды механических воздействий на жидкость сопровождаются периодическими растяжениями и сжатиями ее поверхности, на которые влияет поверхностное натяжение. Этими методами определяется неравновесное значение σ . К динамическим методам относятся методы капиллярных волн и колеблющейся струи.

Полустатическими называются методы определения поверхностного натяжения границы раздела фаз, возникающей и периодически обновляемой в процессе измерения (методы максимального давления пузырька и сталагмометрический), а также методы отрыва кольца и втягивания пластины. Эти методы позволяют определить равновесное значение поверхностного натяжения, если измерения производятся в таких условиях, что время, в течение которого происходит формирование поверхности раздела, значительно больше времени установления равновесия в системе.

Для определения поверхностного натяжения жидкостей применяется сталагмометрический метод. Определение поверхностного натяжения этим методом заключается в измерении объема или веса капли жидкости, медленно отрывающейся от кончика капилляра в нижнем конце сталагмометрической трубки. В основе метода лежит положение о том, что в момент отрыва сила тяжести капли жид-

кости q уравнивается силами поверхностного натяжения F . Силы поверхностного натяжения действуют вдоль окружности шейки капли и препятствуют ее отрыву. В момент отрыва можно считать, что:

$$q = F \approx 2 \cdot \pi \cdot r \cdot \delta_{\text{ж-г}},$$

где r – внутренний радиус капилляра; $\delta_{\text{ж-г}}$ – поверхностное натяжение на границе жидкость - газ.

В связи со сложностью определения радиуса капилляра r поверхностное натяжение находят путем сравнения данных по истечению из сталагмометрической трубки исследуемой жидкости и жидкости с известным поверхностным натяжением.

Вещества, способные заметно снижать поверхностное натяжение, называются поверхностно активными: жиры, масла, жирные кислоты, спирты, альдегиды, кетоны и др.

Вещества, лишь незначительно повышающие поверхностное натяжение или вообще не влияющие на поверхностное натяжение, называются поверхностно инактивными: неорганические соли, углеводы и др.

Величина поверхностного натяжения изменяется с температурой и плотностью раствора, поэтому при анализе необходимо точно придерживаться определенной температуры – 20 °С.

Измерение поверхностного натяжения является весьма важной величиной, необходимой для технических и технологических расчетов в пищевой и молочной промышленности.

Методика выполнения работы

Молоко и молочные продукты нагревают до температуры 40 °С, выдерживают 5 мин и охлаждают до 20 °С.

Сталагмометр (рисунок 3) ополаскивают несколько раз дистиллированной водой и укрепляют в штативе. На верхний конец сталагмометра надевают резиновую трубку с винтовым зажимом. Под сталагмометр подставляют стаканчик с дистиллированной водой температуры 20 °С так, чтобы конец сталагмометра оказался погруженным в воду. Засасывают в сталагмометр воду несколько выше верхней метки, следя за тем, чтобы в прибор не попадали пузырьки воздуха. Затем опускают стакан, помещая его под нижним краем

сталагмометра. Счет падающих капель начинают от того деления у верхней метки, где находится мениск в момент отрыва капли. Измерение проводят в условиях медленного формирования капель (примерно 1-3 капли в минуту), при этом скорость истечения жидкости поддерживают постоянной. Это достигается регулировкой винтового зажима на резиновой трубке (см. рисунок).

Результат отсчета выражают следующим образом: к целому числу отсчитанных капель прибавляют доли капли (деления) ниже верхней метки В и выше нижней метки Н и наоборот – вычитают доли капли выше верхней метки и ниже нижней метки. Например, отсчитано 44 капли от 2-го деления выше верхней метки В до 3-го деления выше нижней метки Н. В этом случае результат отсчета окажется равным $44 - 0,2 + 0,3 = 44,1$ капли.

При отсутствии мелких делений подсчитывают число капель в объеме от верхней до нижней меток. Повторяют определение не менее 5 раз и берут среднее арифметическое. Точно также подсчитывают число капель исследуемой жидкости, взятой так же при 20 °С, предварительно промыв ею сталагмометр.

На основании обоих подсчетов определяют поверхностное натяжение исследуемой жидкости, пользуясь формулой

$$\delta_{\text{ж}} = \frac{d \cdot N \cdot \delta_{\text{в}}}{n \cdot D},$$

$$\delta_{\text{ж}} = \frac{d \cdot N \cdot 72,53}{n \cdot 0,9983},$$

где N – количество капель;

$\delta_{\text{в}}$ – поверхностное натяжение между водой и воздухом, дин/см (при $t = 20 \text{ } ^\circ\text{C} = 72,53$);

n – количество капель исследуемой жидкости;

d – плотность исследуемой жидкости;

D – плотность воздуха (при $t = 20 \text{ } ^\circ\text{C}$, $D = 0,9983$).

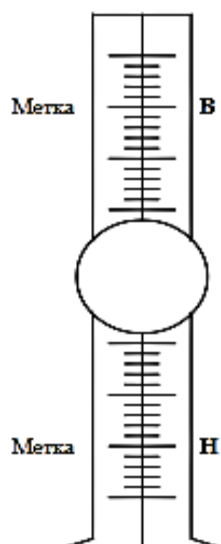


Рисунок 3 – Сталагмометр

Контрольные вопросы

1. Что такое поверхностное натяжение и в каких единицах оно измеряется?
2. Как зависит поверхностное натяжение от природы вещества?
3. Какие методы используются для определения поверхностного натяжения жидкостей?
4. На чем основано определение поверхностного натяжения сталагмометрическим методом?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЯЗКОСТИ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

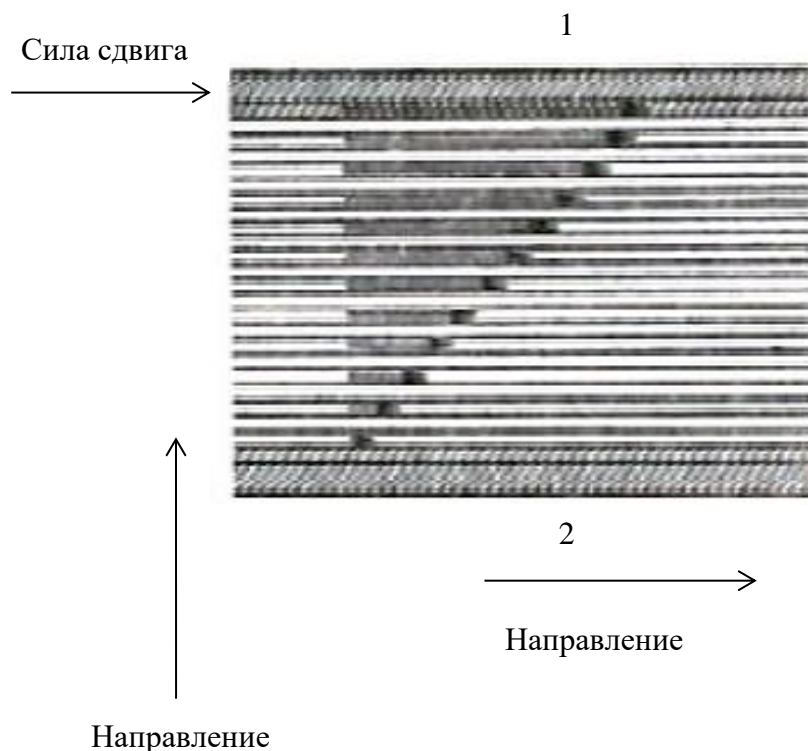
Цель работы: ознакомиться со стандартными методами определения вязкости молока и молочных продуктов.

Теоретические сведения

Вязкость (или внутреннее трение) – это свойство жидкости оказывать сопротивление относительному смещению слоев при сдвиге, растяжении и других видах деформации.

Рассмотрим жидкость, находящуюся между двумя большими параллельными пластинами (рисунок 4), одна из которых подвижна, другая неподвижна.

Верхний слой жидкости, примыкающий к подвижной пластине, смещается вместе с ней вследствие адгезии увлекает за собой нижележащий слой. Этот слой движется с меньшей скоростью, так как тормозится следующим, и так далее. В итоге внешняя действующая сила, приложенная к верхнему слою, уравнивается силой вязкого сопротивления (внутреннего трения).



Истечение каждого слоя происходит с постоянной во времени скоростью, убывающей от слоя к слою от наибольшей (у подвижной пластины) к наименьшей (у неподвижной), то есть появляется градиент скорости (dv/dy):

$$dv/dy = V/h,$$

где V – скорость относительного движения слоев, м/с;
 h – расстояние между слоями, м.

Ньютон установил зависимость между силой сопротивления (f), возникающей между слоями, и градиентом скорости:

$$f = \eta S \frac{dv}{dy},$$

где η – коэффициент динамической вязкости или динамическая вязкость;

S – площадь поверхности слоев, м²;

$\frac{dv}{dy}$ – градиент скорости сдвига.

Из уравнений (1) и (2) следует, что динамическая вязкость равна:

$$\eta = \frac{fh}{SV}$$

Поскольку отношение силы сопротивления между слоями (f) к площади поверхности слоев (S) – это касательное напряжение (τ), действующее между слоями при ламинарном движении, то:

$$\eta = (\tau h)/V$$

Если величина динамической вязкости постоянна, то жидкость называют ньютоновской, а если она является функцией силы сопротивления между частицами, градиента сдвига, то – неньютоновской.

Цельное молоко условно относят к ньютоновским жидкостям. Его вязкость при 20 °С в среднем составляет $1,8 \cdot 10^{-3}$ Па·с (с колебаниями от $1,3 \cdot 10^{-3}$ – $2,21 \cdot 10^{-3}$ Па·с).

Вязкость молока складывается из вязкости воды, суммы приращений вязкости от дисперсной фазы и структурных связей. На вязкость молока оказывают влияние эмульгированные и коллоидно-растворимые частицы (жир и казеин), состояние сывороточных белков, технологические режимы обработки молока, вызывающие изменения агрегатного состояния его компонентов, и другие факторы. Содержание лактозы и ионов, а также сывороточные белки в нативном состоянии оказывают очень незначительное влияние на вязкость.

Зависимость величины вязкости молока от количества молочного жира определяется следующим образом: вязкость тем выше, чем больше массовая доля молочного жира и степень его дисперсности. Например, средняя вязкость (при 20°С) обезжиренного молока составляет $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па·с, цельного питьевого молока – $1,8 \cdot 10^{-3}$, гомогенизированного при давлении 15МПа молока – $1,86 \cdot 10^{-3}$ Па·с, а сливок 10% мас. жирности – $2,55 \cdot 10^{-3}$ Па·с.

Влияние казеина на величину вязкости: чем выше массовая доля казеина и ниже степень его дисперсности, тем больше вязкость. Особую роль играет казеин в формировании этого показателя в сильно структурированных молочных продуктах: кисломолочных напитках, твороге, сметане и других, относящихся к неньютоновским жидкостям. Для этих продуктов введено понятие «эффективная вязкость». Она характеризует равновесное состояние между процессами восстановления и разрушения структуры в установившемся потоке.

Вязкость молока (и молочных продуктов) зависит также от тем-

пературы. Повышение температуры приводит к увеличению скорости броуновского движения молекул раствора, ослаблению сил взаимодействия между ними и, как следствие, к снижению вязкости. При температурах в 20 °С цельное молоко обладает структурно-вязкостными свойствами, с увеличением температуры отклонение от ньютоновских характеристик уменьшается.

Состояние казеина, следовательно, технологические режимы, влияющие на его структуру и свойства, оказывают значительное влияние на вязкость. К таким приемам относится коагуляция казеина и термообработка молока. При температурах, повышающих точку коагуляции казеина, вязкость повышается. Коагуляция казеина приводит к образованию пространственной коагуляционно-конденсационной структуры, обладающей нелинейно-пластичными свойствами.

Гомогенизация повышает вязкость молока за счет увеличения поверхности жировых шариков и присоединения к мицеллам казеина.

Вязкость молочных продуктов повышается с увеличением содержания сухих веществ, одновременно проявляются структурно-вязкостные свойства, что применяется в технологии йогуртов.

Для измерения вязкости молока и молочных продуктов используют следующие вискозиметры:

- капиллярные (вискозиметр Оствальда) – для определения вязкости потока в капиллярах с целью контроля вязкости в процессе сычужного свертывания молока;

- ротационные – для измерения силы, необходимой для смещения двух слоев жидкости относительно друг друга при определении реологических характеристик сливок, сметаны, пудингов, желе;

- прецизионные (с падающим шариком Гепплера) – для определения скорости падения шарика в столбе жидкости при измерении вязкости сгущенного молока, смеси для мороженого (ГОСТ 27709-88 «Консервы молочные сгущенные. Метод измерения вязкости»).

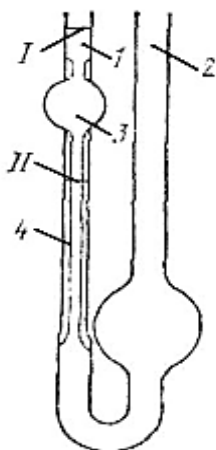
Порядок выполнения работы

1. Определение вязкости молока на вискозиметре Оствальда

При работе с вискозиметром Оствальда для расчета вязкости применяют формулу Ж. Пуазейля.

Выполнение анализа

В вискозиметр Оствальда (рисунок 5) через широкую трубку заливают 1 см³ воды. Надев на другой конец прибора резиновую трубку, засасывают воду в расширение 3 приблизительно на 1 см выше черты. При этом необходимо следить, чтобы в трубке не оставалась вода на уровне ниже капиллярной трубки 4. Вода должна свободно вытекать через капиллярное отверстие. Когда уровень жидкости достигнет верхней черты I, включают секундомер и выключают его в тот момент, когда вода достигнет нижней черты II.



Таким образом, определяют время прохождения воды через капилляр, повторяя определение не менее 3 раз, причем температура воды должна быть точно 20 °С. Для поддержания заданной температуры вискозиметр помещают в жидкостный ультратермостат. После измерения времени истечения воды вискозиметр ополаскивают испытуемым молоком, затем наполняют его 10 см³ и при 20 °С измеряют время истечения молока между метками I и II.

Рисунок 5 – Вискозиметр Оствальда:

1 – первое колено; 2 – второе колено; 3 – расширение в капилляре; 4 – капилляр

Вязкость молока η (Па·с) определяют по формуле

$$\eta = \frac{d \cdot t \cdot \eta_{\text{в}}}{d_{\text{в}} \cdot t_{\text{в}}}$$

где d – плотность молока при 20 °С, кг/м³;

t – время истечения молока, с;

$t_{\text{в}}$ – время истечения воды, с;

$d_{\text{в}}$ – плотность воды при 20 °С (998,23 кг/м³);

$\eta_{\text{в}}$ – абсолютная вязкость воды при 20 °С, (1,0032·10⁻³Па·с).

2. Определение динамической вязкости молока и молочных продуктов

Выполнение анализа

Динамическую вязкость молока, сливок и сгущенного молока определяют прецизионным вискозиметром Гепплера с комплектом шаров различного диаметра и цилиндрическим калибром.

Шары, применяемые для определения вязкости исследуемого продукта, выбирают по таблице, прилагаемой с инструкцией вискозиметра.

Во избежание турбулентного движения жидкости, вызывающего повышение вязкости, продолжительность падения на отрезке пути 100 мм должна быть не менее 25 с.

Для получения точного результата на приборе Гепплера необходимо во время опыта соблюдать точную температуру (20 ± 1) °С, используя ультратермостат.

Продукт с целью удаления газов следует нагреть до температуры (30 ± 2) °С, перемешать не менее 1 мин и охладить до температуры (20 ± 2) °С.

Перед определением вязкости вискозиметр устанавливают по уровню перед белым освещенным экраном. Внутри трубка вискозиметра, ее крышки и шары должны быть тщательно очищены. Для обезжиривания применяют горячий содовый раствор с добавлением раствора аммиака с массовой долей 5 %, для чего ополаскивают водой.

Внутреннюю стеклянную трубку вискозиметра наполняют молоком на 95%. Для этого закрывают трубку резиновой пробкой, осторожно по стенке во избежание образования пены вливают в нее молоко, чтобы уровень его был примерно на 25 мм ниже верхнего края трубки. Затем пинцетом берут нужный шар и опускают его в трубку с молоком. Если ниже шара оказались пузырьки воздуха, их удаляют, подталкивая шар стеклянной палочкой.

С момента соприкосновения нижнего края шара с верхней кольцевой отметкой вискозиметра включают секундомер, а в момент соприкосновения с нижней кольцевой отметкой вискозиметра секундомер выключают. Отмечают продолжительность времени падения шара, перевернув вискозиметр, измерение повторяют. Проводят несколько измерений и рассчитывают среднее показание.

Абсолютную (динамическую) вязкость вычисляют по формуле

$$X = t \cdot (d - d_1) \cdot K$$

где t – продолжительность падения шара, с;

d – плотность материала при 20 °С, из которого изготовлен шар, кг/м³;

d_1 – плотность исследуемой жидкости при температуре измерения 20 °С, кг/м³;

K —константа шара.

Для стеклянных шаров $K = 2500$. Плотность испытуемой жидкости необходимо определять с точностью до 2 кг/м^3 , при использовании шаров из металла со средней плотностью достаточна точность до 8 кг/м^3 , которая может быть достигнута ареометрическим определением.

Плотность материала, из которого изготовлен шар, константа шара указаны в прилагаемом к прибору поверочном свидетельстве. Например, плотность материала шарика 2410 кг/м^3 , $K = 0,015$.

Контрольные вопросы

1. Понятие вязкости пищевых продуктов. Градиент скорости сдвига.
2. Что понимают под эффективной и динамической вязкостью?
3. Какие жидкости относятся к ньютоновским?
4. Неньютоновские жидкости. Понятие и примеры.
5. Вязкость молока. Зависимость вязкости от состава молока и состояния компонентов.
6. Влияние технологических операций на вязкость молока и молочных продуктов.
7. Методы определения вязкости молока и молочных продуктов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ГОМОГЕНИЗАЦИИ МОЛОКА

Цель работы: изучить методики определения эффективности гомогенизации молока.

Приборы, материалы и реактивы: специальная пипетка для контроля эффективности (степени) гомогенизации молока (ТУ 493-05-73); пробки резиновые № 20 с углублением для закрывания нижнего конца пипетки; другие приборы те же, что и для определения в молоке массовой доли жира; сосуд для отстаивания молока; другие приборы те же, что и для определения в молоке массовой доли жира по ГОСТ 5867; молоко гомогенизированное; реактивы те же, что и для определения массовой доли жира.

Теоретические сведения

Эффективность гомогенизации молока контролируют методами отстаивания жира и центрифугирования.

Метод отстаивания жира. Это относительно простой, но менее точный метод по сравнению с методом центрифугирования. Эффективность гомогенизации определяют по разнице между содержанием жира в верхнем и нижнем слоях молока после его соответствующего отстаивания (выдерживания) в сосуде.

Порядок выполнения работы

Пробу гомогенизированного молока в количестве 250 см^3 наливают в бутылку, мерный цилиндр или другой сосуд и выдерживают при $10 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 48 ч. Затем отбирают верхний слой молока (около 100 см^3) и определяют в нем кислотным методом массовую долю жира. В нижнем слое молока также контролируют содержание жира.

Разницу в содержании жира в двух слоях молока, показывающую степень отстаивания жира (%), рассчитывают по формуле

$$x = \frac{Ж_1 - Ж_2}{Ж_1} \cdot 100,$$

где $Ж_1$ – массовая доля жира в верхнем слое молока, %;

$Ж_2$ – массовая доля жира в нижнем слое молока, %.

Чем больше степень отстаивания жира, тем ниже эффективность гомогенизации молока. Ее величина не должна превышать 10 %.

Метод центрифугирования. Для проведения метода необходима специальная пипетка (рисунок 6).

Метод основан на определении в гомогенизированном молоке содержания мелких (размером менее 2 мкм) жировых шариков после его центрифугирования в специальной пипетке.

Порядок выполнения работы



Специальную пипетку через нижний капиллярный конец заполняют исследуемым гомогенизированным молоком до верхней черты. Верхний конец пипетки закрывают пальцем, а на нижний конец надевают резиновую пробку с углублением. Заполненные молоком пипетки вставляют симметрично в патроны центрифуги для определения массовой доли жира (пробками к периферии) и центрифугируют в течение 30 мин. После центрифугирования пипетки вынимают из центрифуги и ставят в штатив (пробками вниз).

Рисунок 6 – Пипетка для определения степени гомогенизации молока

Для определения степени гомогенизации необходимо отобрать молоко из нижней части пипетки. Для этого пальцем закрывают верхнее отверстие пипетки, снимают резиновую пробку с нижнего конца и осторожно сливают молоко в стакан от верхней до нижней черты на пипетке. Затем контролируют массовую долю жира в этой части молока.

Содержание в молоке мелких жировых шариков, характеризующее степень гомогенизации (%), рассчитывают по формуле

$$x = \frac{Ж_1}{Ж} \cdot 100$$

где $Ж_1$, – массовая доля жира в молоке, слитом из нижней части пипетки, %;

$Ж$ – массовая доля жира в гомогенизированном молоке до центрифугирования, %.

Данные таблицы 4 показывают, что чем больше в гомогенизированном молоке мелких жировых шариков (чем выше массовая доля жира в молоке из нижней части пипетки), тем выше степень (эффективность) гомогенизации молока.

Таблица 4 – Зависимость степени гомогенизации молока от массовой доли жира в молоке в нижней части пипетки

Степень гомогенизации, %	Массовая доля жира в молоке (%) в нижней части пипетки при массовой доле жира в исходном молоке, %			
	3,1–3,2	3,3–3,4	3,5–3,6	3,70–3,85
39–47	1,43	1,58	1,57	1,62
58–67	2,11	2,15	2,17	2,17
70–77	2,43	2,47	2,60	2,65
77–80	2,61	2,53	2,72	2,83
80–85	2,70	2,74	2,90	2,96
86–88	2,76	2,96	3,02	3,21

Контрольные вопросы

1. Как изменяются дисперсность и стабильность жира при механической обработке молока?
2. Какие изменения технологических свойств молока наблюдаются после гомогенизации?
3. Как меняются свойства сывороточных белков при тепловой обработке?
4. Почему после высокотемпературной пастеризации изменяется водоудерживающая способность белковых сгустков?
5. Назовите пороки вкуса и запаха молока, вызванные изменением жира.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА И СВОЙСТВ СЛИВОЧНОГО МАСЛА

Цель работы: изучить методики определения состава и свойств сливочного масла.

Приборы, материалы и реактивы: опытные образцы сливочного масла; весы маслопробные неравноплечие СМП-84 (или лабораторные теххимические); алюминиевый стакан; нагревательный прибор (спиртовка или электроплитка); металлический держатель; зеркало или часовое стекло; весы лабораторные; колбы конические вместимостью 250 см³; пипетки вместимостью 2 и 5 см³; бюретку; шпатель; термометр, масло соленое; 0,1 N раствор нитрата серебра

(приложение 20); 10 %-ный раствор хромата калия; дистиллированную воду; весы лабораторные; водяную баню; стакан или колбу коническую вместимостью 100–150 см³; пипетку вместимостью 20 см³; масло сливочное; нейтрализованную смесь этилового спирта и эфира в соотношении 1:1; 1 %-ный спиртовой раствор фенолфталеина; 0,1 N раствор гидроксида натрия; химические стаканы вместимостью 100 и 200–300 см³; водяную баню; пипетки вместимостью 5 и 10 см³; жиромер для молока; центрифугу; масло сливочное; 1 %-ный раствор фенолфталеина; 0,1 N раствор гидроксида натрия.

Теоретические сведения

Отобранные образцы масла одной партии помещают в широкогорлую банку для составления средней пробы. Для этого банку ставят на водяную баню с температурой 30–35 °С, после размягчения масло осторожно перемешивают до получения однородной консистенции, затем охлаждают до температуры (20±2) °С и выделяют среднюю пробу массой 50–100 г. В пробе определяют массовые доли влаги и хлорида натрия, а при полном анализе – дополнительно массовую долю СОМО, кислотность плазмы и другие показатели.

Для определения консистенции и структуры масла образцы массой 100–300 г вырезают из монолита масла.

Порядок выполнения работы

Массовая доля влаги. Содержание влаги в масле в спорных случаях определяют методом высушивания навески масла при температуре (102±2) °С, а в обычной практике — методом выпаривания влаги с применением весов СМП-84 (рисунок 7).

Для анализа необходимы: весы маслопробные неравноплечие СМП-84 (или лабораторные теххимические); алюминиевый стакан; нагревательный прибор (спиртовка или электроплитка); металлический держатель; зеркало или часовое стекло.

Перед началом работы устанавливают весы СМП-84. Для этого колонку весов вставляют в отверстие крышки ящика, а призму коромысла вкладывают в углубление правого плеча весов. На подвеску-серьгу помещают чашку весов, на которую ставят алюминиевый стакан и гирию массой 10 г. На нарезку шкалы с цифрой 0 подвешивают два рейтера – один за крючок другого. Затем уравнивают весы с

помощью груза регулятора на коромысле.

В алюминиевый стакан отвешивают 10 или 5 г масла, сняв соответственно с чашки весов гирю массой 10 или 5 г. Специальным металлическим держателем берут стакан и осторожно нагревают в пламени спиртовки или на электроплитке, непрерывно его покачивая и не допуская разбрызгивания и сильного вспенивания масла. Окончание испарения влаги узнают по прекращению треска и с помощью холодного зеркала или часового стекла, помещенного над стаканом (оно не должно отпотевать).

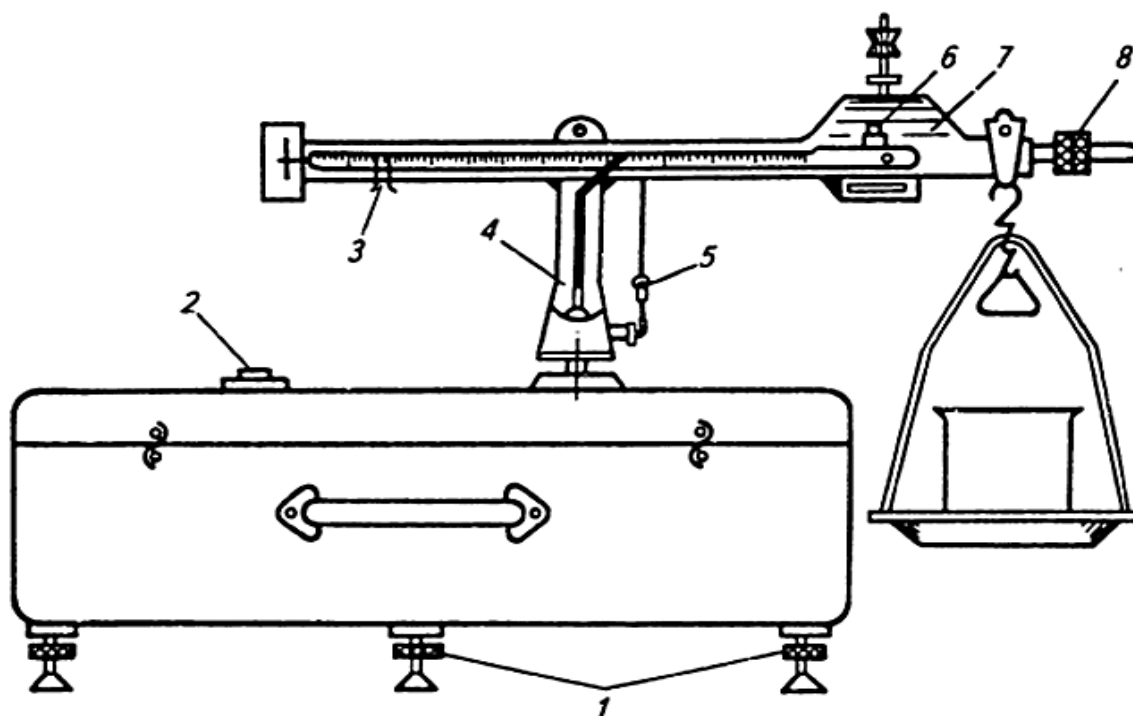


Рисунок 7 – Весы СМП-84

1 – винтовые ножки; 2 – водяной уровень; 3 – рейтеры; 4 – колонка; 5 – отвес; 6 – призма; 7 – коромысло; 8 – груз-регулятор

Стакан с маслом охлаждают на металлическом листе и взвешивают. Для приведения весов в равновесие передвигают один или оба рейтера по шкале вправо. При навеске масла 10 г в первом случае цифра у нарезки, на которой висит рейтер, показывает массовую долю влаги в процентах, во втором – цифру у нарезок складывают. При навеске масла 5 г показания шкалы в обоих случаях умножают на 2.

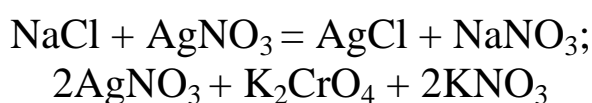
Данный ускоренный лабораторный метод все-таки длителен и недостаточно точен. Причинами неточности могут быть разбрызгивание масла, неточное определение конца выпаривания влаги, образование на дне стакана трудноудаляемой копоти, недостаточное

охлаждение стакана и т. д. Сейчас для процесса выпаривания влаги используют специальное устройство ВВМ-1, позволяющее выпаривать влагу одновременно из двух проб.

Более точные результаты можно получить при использовании специальных влагомеров.

Массовая доля хлорида натрия. Определяют методом титрования раствором нитрата серебра или методом с катионитом. Чаще используют первый метод, который мы и рассмотрим.

В основе метода лежит реакция осаждения ионов хлора нитратом серебра, избыток которого в присутствии хромата калия дает кирпично-красное окрашивание:



В коническую колбу вместимостью 250 см³ отвешивают 5 г масла, осторожно добавляют 100 см³ кипящей дистиллированной воды и оставляют на 5–10 мин. Содержимое колбы перемешивают круговыми движениями, охлаждают до 50–55 °С, добавляют 2 см³ раствора хромата калия и вновь тщательно перемешивают. Смесь титруют 0,1 N раствором нитрата серебра при постоянном перемешивании до появления оранжево-коричневого окрашивания, не исчезающего при взбалтывании.

Параллельно проводят контрольное определение при использовании вместо 5 г масла 5 см³ дистиллированной воды.

Массовую долю хлорида натрия в масле (%) рассчитывают по формуле

$$x = \frac{0,00585 \cdot (V - V_0)}{m},$$

при навеске масла в 5 г:

$$x = \frac{0,585 \cdot (V - V_0)}{5},$$

где V – объем 0,1 N раствора нитрата серебра, пошедшего на опытное титрование, см³;

V_0 – объем 0,1 N раствора нитрата серебра, пошедшего на кон-

трольное титрование, см³;
0,00585 – количество хлорида натрия, эквивалентное 1 см³ 0,1 N раствора нитрата серебра; г — навеска масла, г (в данном случае г = 5).

Кислотность масла. Ее выражают в градусах Кеттсторфера (°К). Под градусами кислотности понимают количество кубических сантиметров нормального раствора гидроксида натрия, пошедшего на нейтрализацию 100 г масла.

В стакан или коническую колбу отвешивают 5 г масла, слегка расплавляют на водяной бане и растворяют в 20 см³ смеси этилового спирта и эфира. Жидкость хорошо перемешивают, прибавляют 3 капли фенолфталеина и титруют при тщательном помешивании 0,1 N раствором щелочи до устойчивого слабо-розового окрашивания.

Кислотность масла (°К) рассчитывают по формуле

$$X = V \cdot 20 \cdot 0,1 = V \cdot 2,$$

где V – объем 0,1 N раствора гидроксида натрия, пошедшего на нейтрализацию 5 г масла, см³.

Кислотность плазмы масла. Для ее контроля необходимо выделить плазму из навески масла. Кислотность плазмы масла выражают, как и кислотность плазмы сливок, в градусах Тернера.

В химический стакан отвешивают около 150 г масла, которое затем расплавляют на водяной бане при температуре 45—60 °С до получения эмульсии. Эмульсии дают отстояться, верхний слой жира осторожно сливают, а плазму пипеткой переносят в жиромер. Жиромер закрывают пробкой и центрифугируют в течение 5 мин, далее опускают пробкой вниз в стакан с холодной водой.

Обезжиренную плазму осторожно выливают в стакан, перемешивают; 5 см³ плазмы пипеткой отмеривают в другой стакан, прибавляют 10 см³ дистиллированной воды и пипетку промывают несколько раз полученной смесью. Затем добавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором гидроксида натрия (NaOH) до слабо-розового окрашивания. Количество щелочи, пошедшее на титрование 5 см³ плазмы, умножают на 20 и получают искомую кислотность плазмы в градусах Тернера.

Массовая доля сухого обезжиренного остатка (СОМО). Содержание СОМО в масле определяют, как правило, после контроля массовой доли влаги в одной и той же навеске масла. При исследовании

соленого масла в одной навеске продукта контролируют три показателя – содержание влаги, хлорида натрия и СОМО.

Если требуется определить в масле содержание СОМО и влаги, тогда вначале на лабораторных весах взвешивают алюминиевый стакан с вложенной в него стеклянной палочкой. Затем в стакан отвешивают с помощью весов СМ П-84 10 г исследуемого масла и определяют в нем массовую долю влаги методом выпаривания.

Остаток в алюминиевом стакане слегка нагревают до расплавления жира и для экстракции последнего приливают 50 см³ бензина (или этилового эфира). При операциях с данными растворителями следует соблюдать осторожность из-за их летучести и способности легко воспламеняться.

Смесь перемешивают стеклянной палочкой и на 3—5 мин оставляют в покое для осаждения осадка. Затем раствор осторожно сливают, не взмучивая осадка. Операцию экстракции жира бензином повторяют 2–3 раза.

Остатки бензина полностью удаляют, нагревая стакан в сушильном шкафу. Осадок после удаления бензина легко рассыпается при перемешивании стеклянной палочкой. В конце анализа стакан с осадком сухого обезжиренного остатка масла охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Массовую долю сухого обезжиренного остатка масла (%) рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m - m_0},$$

где m_1 – масса стакана со стеклянной палочкой и остатком после удаления жира, г;

m_0 – масса пустого стакана со стеклянной палочкой, г,

m – масса стакана со стеклянной палочкой и навеской масла, г.

При навеске масла ($m - m_0$), равной 10 г,

$$x = (m_1 - m_0) \cdot 10$$

Определение консистенции, структуры и фальсификации масла.

Структуру и зависящую от нее консистенцию масла определяют различными методами, многие из которых применяют лишь в научных

исследованиях. Например, характер консистенции масла контролируют по показателю твердости (измеряя глубину погружения конуса пластометров, пенетрометров в пробу масла или сопротивление масла разрезанию), по скорости отвердевания (определяя продолжительность деформации масла под действием груза), пробой на срез (изучая характер деформации пластинки масла при ее изгибе) (рисунок 8) и т. д.



Рисунок 8 – Оценка консистенции масла пробой на срез:

1 – хорошая консистенция; 2 – удовлетворительная; 3 – слабокрошшливая; 4 – крошпивая; 5 – слоистая

Наиболее доступны для заводских и учебных лабораторий два метода косвенной оценки структуры и консистенции готового масла – индикаторный метод определения размера и характера распределения в масле капель плазмы (рисунок 9) и ниже рассматриваемый метод контроля термоустойчивости масла.

Показатель термоустойчивости (рисунок 10) рассчитывают по формуле

$$K = D_0/D_1$$

где D_0 – начальный диаметр основания цилиндрика, мм;

D_1 – диаметр основания цилиндрика после термостатирования при 30 °С, мм.

Фальсификацию масла (и спредов) определяют по наличию растительных жиров в жировой фазе масла (или его повышенному количеству в некоторых видах спредов) — с помощью газожидкостной хроматографии стеринов или более доступным методом — по определению числа Рейхерта-Мейссля.

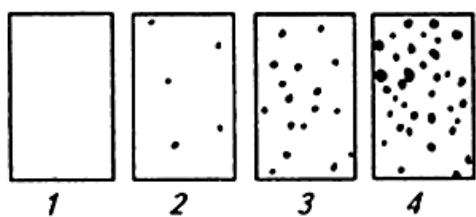


Рисунок 9 – Шкала оценки степени дисперсности плазмы масла: 1 – хорошее распределение влаги; 2 – удовлетворительное; 3 – неудовлетворительное; 4 – плохое



Рисунок 10 – Шкала оценки термоустойчивости масла: 1 – хорошая термоустойчивость ($K = 0,86-1$); 2 – удовлетворительная ($K = 0,7 - 0,85$); 3 – неудовлетворительная (менее $0,7$)

Последний метод основан на экстрагировании жира из продукта петролейным эфиром с последующим определением числа Р-М, которое при использовании растительных жиров резко падает. Для контроля в жирах количества трансизомеров жирных кислот (которое должно быть не более 8 %) используют сложный метод газожидкостной хроматографии.

Контрольные вопросы

1. Как формируются вкус и запах сладкосливочного и кислосливочного масла?
2. Чем отличается структура масла, выработанного сбиванием сливок, от структуры масла, полученного преобразованием высокожирных сливок?
3. Как влияет структура масла на его консистенцию?
4. Каким образом определяют термоустойчивость масла?
5. Перечислите окислительные процессы, происходящие во время хранения масла и спредов.
6. Как влияет степень диспергирования плазмы и воздуха на стойкость масла при хранении?
7. Каким методом определяют дисперсность плазмы в масле?
8. Назовите естественные антиокислители жира.
9. Расскажите о причинах прогоркания масла и спредов.
10. Перечислите пороки консистенции масла и спредов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Антонова В.С. Технология молока и молочных продуктов : учеб. пособие / В. С. АНТОНОВА, С. А. Соловьев, М. А. Сечина. - Оренбург : Изд. центр ОГАУ, 2003. - 437 с.
2. ТЕХНОЛОГИЯ молока и молочных продуктов : учебник / Г.Н. Крусь, А.Г. Храмцов, З.В. Волокитина, С.В. Карпычев; под ред. А.М. Шалыгиной. - М. : КолосС, 2004. - 455 с.
3. Технический регламент Таможенного союза «О безопасности молока и молочной продукции» ТР ТС 033/2013 [принят Решением Совета Евразийской экономической комиссии от 9 декабря 2011 г № 67]. – Москва: Росинфомагротех, 2013. – 189 с.
4. Тимошенко, Н. В. Проектирование и основы промстроительства предприятий по переработке сырья животного происхождения : учебное пособие / Н. В. Тимошенко, А. М. Патиева, А. В. Кочерга. — Санкт-Петербург : ГИОРД, 2019. — 320 с. — ISBN 978-5-98879-169-0. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/129298>.
5. Тимошенко, Н.В. Прикладная биотехнология молока и молочных продуктов : учеб. пособие / Н. В. Тимошенко, Н. С. Воронова, А. А. Нестеренко; Куб. гос. аграр. ун-т им. И.Т. Трубилина. - Краснодар : КубГАУ, 2017. - 133 с.
6. Сарбатова, Н.Ю. Оборудование для переработки животноводческого сырья (молока) : учеб. пособие / Н. Ю. Сарбатова, А. А. Нестеренко; Куб. гос. аграр. ун-т им. И.Т. Трубилина. - Краснодар : КубГАУ, 2019. - 180 с.
7. Экспертиза молока и молочных продуктов. Качество и безопасность : учебно-справочное пособие / Н. И. Дунченко, А. Г. Храмцов, И. А. Макеева [и др.] ; под редакцией В. М. Позняковский. — Новосибирск : Сибирское университетское издательство, 2017. — 480 с. — ISBN 978-5-379-02013-2. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: <http://www.iprbookshop.ru/65296.html>.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКА МО- ЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Методические указания

Составители:

**Безверхая Наталья Сергеевна,
Садовая Татьяна Николаевна**

Подписано в печать _____2020. Формат 60×84 ¹/₁₆.

Усл. печ. л. – 2,4. Уч.-изд. л. – 1,9

Тираж 50 экз. Заказ № ____.

Типография Кубанского государственного аграрного университета.
350044, г. Краснодар, ул. Калинина, 13