

Міністерство освіти і науки України
Чернівецький національний університет
імені Юрія Федьковича

ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ ПРОДУКТІВ ХАРЧУВАННЯ

Методичні рекомендації до лабораторних робіт

Укладачі : М.М. Воробець, А.Г. Волощук, А.С. Горлій

Чернівці
Чернівецький національний університет
2013

УДК 543:664 (076.5)

ББК 24.439я7

X-464

Друкується за ухвалою редакційно-видавничої ради
Чернівецького національного університету
імені Юрія Федьковича

X-464 Хімічний аналіз продуктів харчування : метод. рекомендації до лаб. робіт / укл. : М.М. Воробець, А.Г. Волощук, А.С. Горлій. – Чернівці : Чернівецький нац. ун-т, 2012. – 32 с.

Наведено рекомендації до лабораторних робіт з курсу “Хімічний аналіз продуктів харчування”.

Для студентів вищих навчальних закладів, які навчаються за спеціальністю “Харчові технології та інженерія”.

УДК 543:664 (076.5)

ББК 24.439я7

© Чернівецький національний
університет, 2013

ВСТУП

Хімічний аналіз харчових продуктів містить гравіметричний, титриметричний, а також велику групу інструментальних (фізико-хімічних) методів дослідження. Гравіметрія та титриметрія ґрунтовані на хімічних реакціях визначуваної речовини з аналітичним реагентом. Фізико-хімічні методи визначення складу харчових продуктів та показників їх якості ґрунтуються на вимірюванні фізичних характеристик речовин, які змінюються під час хіміко-аналітичних реакцій.

Аналітичне дослідження продуктів харчування включає два етапи: органолептичну оцінку та хімічний аналіз.

Органолептичну оцінку проводять для встановлення відповідності органолептичних показників якості продуктів (зовнішній вигляд, колір, смак, аромат, консистенція тощо) до умов нормативно-технічної документації, а також для оцінки нових видів продуктів під час введення їх у виробництво.

Приміщення для проведення органолептичної оцінки. Приміщення для роботи повинно бути: без сторонніх запахів, захищене від шуму, вібрації; оснащене вентиляційною системою, але без протягів; добре освітлене; чисте; світлий колір стін з спокійним для очей відтінком.

Температура повітря в приміщенні повинна бути 20 ± 2 °С, відносна вологість – 70 ± 5 %.

Відбір проб. Відбір проб потрібно проводити згідно з вимогами нормативно-технічної документації на відповідну продукцію.

Проби, що представлені на дегустацію, повинні бути доброякісними. Посуд, який використовують під час відбору проб, призначених для органолептичних аналізів, повинен бути чистим, сухим, без стороннього запаху.

Дослідження зразків проводять за тієї ж температури, за якої цей продукт зазвичай споживають.

Розділ 1. М'ЯСНІ ПРОДУКТИ

Для проведення органолептичної оцінки м'ясних продуктів необхідне приміщення, яке повинне бути оснащено шафою для зберігання посуду, робочого інвентарю; робочими столами для підготовки проб; холодильниками; умивальником з гарячою і холодною водою; ножами; дерев'яними або металічними голками для визначення запаху в товщі продуктів; вагами з найбільшою межею зважування 1000 г; термометрами з діапазоном вимірювання 0÷100 °С і допустимою похибкою вимірювання ± 1 °С; приладами для подрібнення зразків та їх термічної обробки.

Під час проведення досліджень органолептичних показників якості дотримуються такого порядку: спочатку оцінюють продукти, яким властивий слабо виражений (тонкий) аромат, менш солені й гострі; потім – продукти з помірним ароматом і солоністю; після цього – продукти з сильно вираженим ароматом, солені й гострі. В кінці оцінюють вироби в підігрітому вигляді (сосиски, сардельки тощо) і термічно оброблені (кулінарні вироби, пельмені, котлети та інші напівфабрикати). Показники якості м'ясних продуктів визначають спочатку на нерозрізаному, а потім на розрізаному зразку. Органолептична оцінка цілого продукту може бути проведена на одній одиниці продукції.

Показники якості цілого продукту визначають в такій послідовності: зовнішній вигляд, колір, стан поверхні – візуально шляхом зовнішнього перегляду; запах – на поверхні продукту. За необхідності визначення запаху в товщі продукту використовують спеціальні дерев'яні або металічні голки, які вводять у товщу, потім швидко виймають і визначають запах, який залишається на поверхні голки; консистенцію – натискуючи шпателем або пальцями на продукт.

Показники якості розрізаного продукту визначають так: перед проведенням органолептичної оцінки м'ясні вироби звільняють від упаковки, оболонки, шпагату, видаляють з них кісти (якщо вони присутні) і з допомогою гострого ножа нарізають тонкими шматками так, щоб забезпечити характерний

для даного продукту вид і рисунок на розрізі; колір, структуру й розподіл інгредієнтів – візуально на поперечних і (або) повздовжніх розрізах продукції; запах, аромат, смак – випробуванням м'ясних продуктів, нарізаних на шматки. При цьому визначають специфічний запах, аромат і смак; відсутність або присутність стороннього запаху, присмаку; ступінь вираження аромату спецій і копчення; солоність; консистенцію продуктів – натискуванням, розрізанням, розжовуванням, розмазуванням (паштети). Під час дослідження консистенції встановлюють густину, ніжність, жорсткість, пружність, однорідність маси (для паштетів).

Запах, смак, вміст соку сосисок і сарделенок визначають у нагрітих зразках, для чого їх опускають у теплу воду ($50\div 60$ °С) і доводять її до кипіння. Вміст соку сосисок і сарделенок в натуральній оболонці можна також визначити проколом. У місцях проколу в соковмісній продукції повинна виступити краплина рідини.

Органолептичну оцінку м'ясних консервів проводять після позитивних результатів мікробіологічного аналізу. Оцінку м'ясних консервів проводять у розігрітому або холодному вигляді, в залежності від способу прийому в їжу даного продукту. В першому випадку після зовнішнього перегляду закриту банку занурюють у киплячу воду на $20\div 30$ хв. Нагріті консерви одразу піддають органолептичній оцінці, охолодження зразків не допускається. Для проведення органолептичної оцінки проби помішають у чисту суху тарілку.

При оцінці якості консервів, які споживають в холодному вигляді, продукт нарізають безпосередньо перед дослідженням, щоб не змінився колір шматків та їх товарний вигляд. Мінімальна товщина шматків повинна бути такою, щоб забезпечити їх цільність. Відкриті банки з кришками, після випорожнення, промивають гарячою водою і, за необхідності, піддають огляду.

Під час визначення запаху, смаку, консистенції продукції представляють по одному або не більше трьох зразків, при візуальній оцінці – до шести зразків одночасно. В залежності від властивостей продуктів після проведення оцінки $5\div 8$ проб проводять перерву не менше, ніж на 10 хвилин.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

Визначення натрій хлориду у м'ясних виробих

Методика розповсюджується на фаршировані, варені, напівкопчені, сирокоччені, ліверні, кров'яні ковбаси, м'ясні хлібці, сосиски, сардельки, паштети, зельці, студні, продукти зі свинини, баранини, яловичини (варені, варено-копчені, копчено-запечені, запечені, смажені й солоні), бекон солоний. Визначення натрій хлориду проводять методом Мора або методом Фольгарда.

Відбір і підготовка проб. Під час підготовки проб до аналізу ковбасні вироби звільняють від оболонки, а зі солоного бекону і продуктів із свинини, вироблених зі шкірою, знімають шкіру. Зразки двічі подрібнюють через м'ясорубку з діаметром отворів решітки 3÷4,5 мм, ретельно перемішують.

Пробу сирокоччених ковбас двічі подрібнюють через м'ясорубку з діаметром отворів решітки 3÷4,5 мм або нарізають гострим ножом на кругові шматки товщиною не більше 1 мм, після чого на смужки так, щоб розміри шматків проби не перевищували 1 мм, ретельно перемішують. Зразки паштетів, студнів, зельців подрібнюють через м'ясорубку один раз, ретельно перемішують.

Подрібнену пробу поміщають у скляну банку з притертим корком і зберігають на холоді до закінчення досліджень.

Визначення натрій хлориду методом Мора

Визначення хлорид-іонів проводять титруванням водного витягу досліджуваного продукту розчином AgNO_3 у нейтральному середовищі за наявності індикатора калій хромату K_2CrO_4 .

Матеріали, реактиви та обладнання: м'ясні вироби; побутова чи електрична м'ясорубка; водяна баня; терези лабораторні загального призначення з найбільшою межею зважування 500 г та похибкою зважування $\pm 0,01$ г; бюретка; циліндр; крапельниця; термометр; піпетки; колба конічна; колби вимірювальні об'ємом 1 дм^3 ; склянки; фільтрувальний папір; вода дистильована; аргентум нітрат AgNO_3 , розчин 0,05 моль/ дм^3 ; калій хромату K_2CrO_4 , розчин 100 г/ дм^3 .

Хід визначення

У хімічній склянці зважують $5 \pm 0,01$ г подрібненої усередненої проби досліджуваного продукту й додають 100 см^3 дистильованої води. Через 40 хв настоювання, при періодичному перемішуванні скляною паличкою, водний витяг фільтрують через паперовий фільтр. Піпеткою переносять 10 см^3 отриманого фільтрату в конічну колбу і титрують $0,05$ моль/ дм^3 розчином AgNO_3 за наявності індикатора калій хромату ($0,5 \text{ см}^3$ розчину) до появи оранжевого забарвлення.

Наважку напівкопчених, варено-копчених, копчених ковбас, солоного бекону, продуктів зі свинини, баранини та яловичини (сирокопчених, копчено-варених, копчено-запечених, запечених, смажених) в склянці нагрівають на водяній бані до $40 \text{ }^\circ\text{C}$, витримують за цієї температури протягом 45 хв, періодично перемішуючи скляною паличкою, і фільтрують через паперовий фільтр. Охолоджений до кімнатної температури фільтрат об'ємом 10 см^3 титрують $0,05$ моль/ дм^3 розчином AgNO_3 за наявності індикатора калій хромату ($0,5 \text{ см}^3$ розчину) до появи оранжевого забарвлення.

Масову частку натрій хлориду, X %, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{0,00292 \cdot K \cdot V \cdot 100}{V \cdot m} \cdot 100\% ,$$

де: $0,00292$ – кількість NaCl , еквівалентна 1 см^3 $0,05$ моль/ дм^3 розчину AgNO_3 , г; K – поправочний коефіцієнт до концентрації $0,05$ моль/ дм^3 розчину AgNO_3 ; V – об'єм $0,05$ моль/ дм^3 розчину AgNO_3 , який витрачено на титрування, см^3 ; V_1 – об'єм водного витягу, взятого для титрування, см^3 ; m – наважка проби, г.

Розбіжність між результатами паралельних визначень не повинна перевищувати $0,1$ %. За кінцевий результат приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень.

Записати висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

Визначення жиру у м'ясі та м'ясних продуктах

Методика експресного визначення жиру розповсюджується на м'ясо і м'ясні продукти (крім м'ясних консервів) з використанням екстракційного апарату Соклета.

Метод ґрунтується на вилученні загального жиру, який міститься в м'ясі й м'ясних продуктах сумішшю хлороформу й етанолу за допомогою фільтруючої ділильної лійки.

Кількісне вилучення жиру визначають шляхом зважування.

Відбір і підготовка проб. Відбір проб м'яса проводять згідно з ГОСТ 7269–79. Відбір проб м'ясних продуктів – з ГОСТ 9792–73.

Проби м'яса і м'ясних продуктів двічі подрібнюють через побутову чи електричну м'ясорубку, ретельно перемішують. Проби ковбас нарізають гострим ножом на кругові шматки товщиною не більше 1 мм, після чого їх ріжуть на смужки розміром частин проби не більше 1 мм, потім ретельно перемішують.

Підготовлену для аналізу пробу помішають у скляну банку об'ємом 200 см³, заповнюють її повністю і закривають кришкою. Зберігають за температури 4±1°C до завершення аналізу. Термін зберігання проби – не більше 24 год.

Матеріали, реактиви та обладнання: м'ясо і (чи) м'ясні продукти; побутова чи електрична м'ясорубка з отворами решітки діаметром 3÷4 мм; терези лабораторні загального призначення з найбільшою межею зважування 200 г і допустимою похибкою зважування ±0,001 г; шафа сушильна лабораторна; баня водяна; штатив хімічний; склянки типу СВ-14/8; бюкси металічні діаметром 50 мм, висотою 25÷35 мм; ексикатор; лійка ділильна з шліфом і з впаяним скляним фільтром; приймач скляний з краном і зі шліфом діаметром, що відповідає діаметру ділильної лійки; насос водоструминний; колби вимірювальні на 50 см³; піпетка; циліндр; спирт етиловий ректифікований; хлороформ; кальцій хлорид безводний.

Хід визначення

Наважку продукту масою $2 \pm 0,2$ г зважують на терезах у склянці чи бюксі. Кількісно переносять у фільтруючу ділильну лійку (рис.), наливають 20 см^3 екстракційної суміші хлороформу й етилового спирту (2:1). Екстракцію проводять, збовтуючи лійку протягом 2 хв (приблизно $75 \div 80$ струшувань).

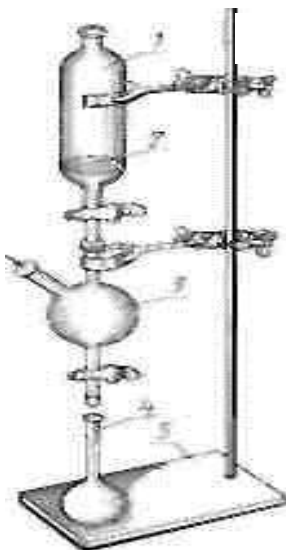


Рис. 1 – фільтруюча ділильна лійка;
2 – скляний впаяний фільтр;
3 – приймач;
4 – вимірювальна колба на 50 см^3 ;
5 – штатив.

Якщо жир визначають у напівкопчених, варено-копчених, сирокочених ковбасах, то перед проведенням екстракції потрібно попередньо настоювати наважку протягом 5 хв з екстракційною сумішшю. За допомогою насоса отриманий екстракт переносять у приймач ділильної лійки, а з нього у вимірювальну колбу.

Аналогічно ще двічі проводять екстракцію, додаючи не менше 10 см^3 екстракційної суміші. Після третьої екстракції, лійку і приймач ополіскують 5 см^3 екстракційної суміші. Всі екстракти та промивну рідину збирають у вимірювальну колбу, доводять до позначки екстракційною сумішшю, ретельно перемішують. Відбирають піпеткою 20 см^3 екстракту, використовуючи грушу, переносять у попередньо висушений і зважений бюкс. Для видалення компонентів екстракційної суміші бюкс нагрівають на водяній бані до зникнення запаху хлороформу та етилового спирту.

Бюкс з жиром висушують за температури 103 ± 2 °C у сушильній шафі протягом 10 хв, охолоджують в ексікаторі над безводним кальцій хлоридом до кімнатної температури, зважують до постійної маси.

Визначення неліпідних домішок. У бюкс з висушеною наважкою жиру піпеткою вносять 10 см^3 хлороформу і не

менше, ніж через 5 хв хлороформний розчин зливають. Розчинення ліпідів повторюють аналогічно ще двічі. Потім бюкс поміщають у сушильну шафу, висушують протягом 5 хв за температури 103 ± 2 °С. Охолоджують в ексікаторі, зважують.

Масову частку жиру (X), % обчислюють за формулою:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 50}{m \cdot 20} \cdot 100\% ,$$

де: m_1 – маса бюкса з жиром, г; m_2 – маса бюкса з неліпідною фракцією, г; 50 – загальний об'єм екстракту, см^3 ; m – маса наважки, г; 20 – об'єм екстракту, відібраний для висушування, см^3 . Обчислення проводять з похибкою $\pm 0,1$ %.

За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень, розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,5 %.

Записати висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

Визначення масової частки вологи у м'ясі та м'ясних продуктах

Цей метод розповсюджується на м'ясо, включаючи м'ясо птиці та м'ясні продукти.

Матеріали, реактиви та обладнання: м'ясо і (чи) м'ясні продукти; гомогенізатор або м'ясорубка механічна чи електрична з решіткою, діаметр отворів якої не більше 4 мм; чашка плоскодонна (бюкс) скляна або металічна (наприклад нікелева, алюмінієва, з нержавіючої сталі) діаметром не менше 60 мм і висотою ~ 25 мм; паличка скляна плоска з одного кінця, довжиною дещо більшою, ніж діаметр чашки; шафа сушильна електрична; ексікатор; терези аналітичні з похибкою зважування $\pm 0,001$ г. Очищений, промитий кислотою пісок, який проходить через сито діаметром отворів 1,4 мм і залишається на ситі діаметром отворів 0,25 мм.

Перед використанням пісок висушують і зберігають у герметично закритому повітряно-непроникному посуді.

Очищення піску: пісок промивають проточною водою, кип'ятять у розчині $\text{HCl}(\rho=1,19 \text{ г/см}^3):\text{H}_2\text{O}=1:1$ протягом 30 хв при постійному перемішуванні. Кип'ятіння повторюють, використовуючи нові порції розчину кислоти, до тих пір, доки кислота перестане забарвлюватись у жовтий колір після кип'ятіння. Потім пісок промивають дистильованою водою до негативної реакції на хлорид-іони (реакція з AgNO_3), висушують за температури $150\div 160 \text{ }^\circ\text{C}$ у сушильній шафі.

Відбір і підготовка проб. Проба повинна бути без пошкоджень та можливих змін якості продукту під час транспортування або зберігання. Пробу зберігають за таких умов, щоб запобігти пошкодженню та зміни хімічного складу.

Відбирають пробу масою не менше 200 г, подрібнюють, пропускаючи двічі через м'ясорубку, ретельно перемішують. При цьому температура проби повинна бути не більше $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Подрібнену пробу зберігають не більше 24 год у повітряно-непроникному, герметично закритому посуді, не допускаючи пошкодження та зміни складу продукту.

Хід визначення

У чашку помішають пісок масою в $3\div 4$ рази більшою, ніж маса наважки проби. Чашку, пісок і скляну паличку висушують протягом 30 хв у сушильній шафі за температури $103\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури, зважують (m_0). Помішають $5\div 8$ г досліджуваної проби і повторно зважують (m_1). Вміст чашки перемішують скляною паличкою. Потім чашку з вмістом і скляною паличкою витримують у сушильній шафі за температури $103\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ протягом 2 год. Охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури, зважують.

Для кращого змішування проби з піском можна добавляти етиловий спирт. У цьому випадку перед висушуванням проби в сушильній шафі етиловий спирт необхідно обережно випарити на водяній бані до зникнення його запаху.

Висушування, охолодження і зважування проводять за вище вказаною методикою, зважування повторюють до тих пір, поки різниця між результатами двох зважувань не буде перевищувати $0,1 \%$ маси наважки.

Проводять два ідентичні визначення за однакових умов.

Масову частку вологи X, % обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100\%$$

де: m_0 – маса чашки (бюкса) з паличкою і піском, г; m_1 – маса чашки (бюкса) з наважкою проби, паличкою і піском перед висушуванням, г; m_2 – маса чашки (бюкса) з наважкою проби, паличкою і піском після висушування, г.

Записати висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Визначення нітрит-іонів у м'ясних продуктах

Визначення вмісту нітрит-іонів проводять за допомогою фотоелектроколориметра КФК-2, використовуючи реактив Грісса (суміш α -нафтиламіну і сульфанілової кислоти) методом калібрувального графіка. Розповсюджується на м'ясні продукти всіх видів, під час виготовлення яких використовують харчові добавки – натрій або калій нітрити, а також розсоли.

Відбір і підготовка проб. З ковбасних виробів знімають оболонку; з фаршированих ковбас і язиків у шпиках – поверхневий шар шпика і оболонку; з окороків, лопаток, рулетів, корейки, грудинки – поверхневий шар шпика; потім зразки двічі пропускають через м'ясорубку з отворами решітки 3÷4 мм. Продукти, до складу яких входить шпик з проміжними шарами м'язової тканини (пресований бекон і аналогічні їм) подрібнюють повністю. Одержаний фарш ретельно перемішують, поміщають у скляну або пластмасову банку об'ємом 200÷400 см³, заповнюють її і закривають кришкою. Пробу зберігають за температури 4±2°C до закінчення аналізу. Аналіз проводять не пізніше, ніж через 24 год після відбору проб. Аналіз сирих зразків проводять одразу після подрібнення.

Матеріали, реактиви та обладнання: м'ясні вироби; побутова чи електрична м'ясорубка з діаметром отворів решітки 3÷4 мм; терези лабораторні загального призначення з найбільшою межею зважування 200 г; водяна баня; колби

вимірювальні об'ємом 100, 200 см³; колби конічні; ділильні лійки; циліндри; склянки; фільтр беззолний; фотоелектроколориметр КФК-2; спектрофотометр СФ-4А; піпетки; вата медична; ацетатна кислота, розчин 2 моль/дм³; натрій нітрит; хлоридна кислота, 0,1 моль/дм³ розчин густиною 1,19 г/см³; амоніак, розчин 3 моль/дм³; сульфанілова кислота безводна; α-нафтиламін; натрій гідроксид, розчин 0,1 моль/дм³; цинк сульфат, розчин 4,5 г/дм³; пил цинковий; дистильована вода.

Розчини для фотоколориметричного визначення.

Розчин 1. Сульфанілову кислоту масою 0,5 г розчиняють у 150 см³ розчину 2 моль/дм³ ацетатної кислоти.

Розчин 2. 0,2 г α-нафтиламіну кип'ятять з 20 см³ дистильованої води, фільтрують і до фільтрату додають 180 см³ розчину ацетатної кислоти. Розчин 2 зберігають у темному скляному посуді.

Реактив Грісса. Змішують рівні об'єми розчинів 1 і 2. За появи малинового забарвлення під час змішування розчинів додають цинковий пил, перемішують, фільтрують. Реактив Грісса готують безпосередньо перед проведенням визначення вмісту нітрит-іонів.

Стандартний розчин натрій нітриту. Для приготування основного розчину зважують наважку натрій нітриту, яка містить 1 г основної речовини – нітрит-іонів.

Розрахунок. При використанні натрій нітриту, масу наважки (X_n) в грамах обчислюють за формулою:

$$X = \frac{69 \cdot 1}{46} = 1,5(\text{г})$$

де: 69 – молярна маса NaNO_2 , 46 – маса нітрит-іону NO_2^- .

Наважку NaNO_2 масою $1,5 \pm 0,0002$ г переносять у вимірювальну колбу об'ємом 1000 см³ і доводять дистильованою водою до позначки (*основний розчин*, 1 мг/см³ нітрит-іонів). Для приготування *робочого розчину* (10 мкг/см³) 10 см³ основного розчину переносять у вимірювальну колбу об'ємом 1000 см³ і доводять дистильованою водою до позначки.

Побудова калібрувального графіка. У 6 пронумерованих вимірювальних колб об'ємом 100 см³ піпеткою вносять робочий розчин: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см³, що відповідає 0, 10, 20, 40, 60 і 80 мкг нітрит-іону. У першу колбу робочий розчин не вносять, використовуючи її як контрольну.

В кожну колбу додають по 5 см³ розчину амоніаку, 10 см³ розчину хлоридної кислоти. Вміст колб доводять дистильованою водою до позначки, ретельно перемішують. У конічні колби об'ємом 100 см³ піпеткою вносять по 15 см³ приготовлених розчинів та по 15 см³ реактиву Грісса. За кімнатної температури витримують 15 хв, вимірюють інтенсивність забарвлення на спектрофотометрі за довжини хвилі 538 нм або на фотоелектроколометрі з зеленим світлофільтром відносно нульового розчину у кюветі з товщиною поглинаючого шару 2 см.

Готують три серії стандартних розчинів, починаючи кожний раз з приготування основного розчину з нової наважки натрій нітриту.

Після одержання середніх даних із трьох стандартних розчинів будують калібрувальний графік. На осі абсцис відкладають масову концентрацію натрій нітриту, мкг/см³, на осі ординат – відповідні значення оптичної густини. Графік являє собою пряму, що проходить через початок координат.

Хід визначення

Зважують підготовлену до аналізу пробу масою 20±0,01 г і поміщають у хімічну склянку. Заливають 35÷40 см³ дистильованої води, нагрітої до 55±2 °С. Періодично перемішуючи, витримують протягом 10 хв. Зливаючи шар рідини, фільтрують через ватний фільтр у вимірювальну колбу об'ємом 200 см³. Наважку кілька разів промивають дистильованою водою, переносять на фільтр, і знову промивають. Потім вміст колби охолоджують і доводять дистильованою водою до позначки.

Для приготування витяжки сировопчених продуктів із свинини, баранини, яловичини й сировопчених ковбас наважку 20 г заливають 200 см³ попередньо нагрітої до 55±2 °С дистильованої води, періодично перемішуючи, витримують

30 хв. Потім фільтрують через ватний фільтр, не переносячи осад на фільтр. Фільтрат об'ємом 20 см³ поміщують у вимірювальну колбу на 100 см³, додають 10 см³ розчину натрій гідроксиду і 40 см³ розчину цинк сульфату для осадження білків. Суміш у колбі нагрівають 7 хв на киплячій водяній бані, після чого охолоджують, доводять до позначки дистильованою водою, перемішують і фільтрують через беззольний паперовий фільтр. Паралельно проводять контрольний аналіз на реактиви, поміщаючи в колбу об'ємом 100 см³ замість 20 см³ водного витягу 20 см³ дистильованої води.

У конічну колбу об'ємом 100 см³ вносять 5 см³ прозорого фільтрату, одержаного після осадження білків, 1 см³ розчину амоніаку, 2 см³ розчину хлоридної кислоти, 2 см³ дистильованої води і, для підсилення забарвлення, 5 см³ порівняльного розчину натрій нітриту, що містить 1 мкг нітрит-іонів в 1 см³. Потім в колбу додають 15 см³ реактиву Грісса і через 15 хв вимірюють інтенсивність забарвлення на спектрофотометрі за довжини хвилі 538 нм або на фотоелектроколориметрі з зеленим світлофільтром відносно розчину порівняння в кюветі з товщиною поглинаючого шару 2 см.

Масову частку нітрит-іонів (X), у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 30}{m \cdot 10^6 \cdot 20 \cdot 5} \cdot 100\%,$$

де: m_1 – масова концентрація натрій нітриту, знайдена за калібрувальним графіком, мкг/см³; m – маса наважки продукту, г; 10^6 – коефіцієнт переведення мкг в грами.

Відносна похибка результату не повинна перевищувати 2 %.

Записати висновки

Розділ 2. МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

Визначення вологи й сухого залишку в молоці та молочних продуктах

Суть методу визначення масової частки вологи й сухого залишку в молоці та молочних продуктах ґрунтується на висушуванні наважки досліджуваного продукту за постійної температури з наступним зважуванням.

Відбір і підготовка проб до аналізу. Відбір проб молока, молочних продуктів і підготовку до аналізу проводять згідно ДСТУ ISO 707-2002.

Визначення сухої речовини й вологи в пастеризованому, стерилізованому молоці, морозиві, сирах і кисломолочних продуктах проводять висушуванням наважки за 103 ± 2 °С.

Пісок просіюють через сито з отворами діаметром $1 \div 1,5$ мм, промивають його дистильованою водою. Потім додають розчину $\text{HCl}(\rho=1,19 \text{ г/см}^3):\text{H}_2\text{O}=1:1$ стільки, щоб повністю покрити пісок, перемішують скляною паличкою, дають відстоятись протягом 10 год. Зливши розчин хлоридної кислоти, пісок промивають дистильованою водою до нейтральної реакції (за лакмусовим папірцем), висушують і прожарюють. Зберігають пісок у щільно закритій банці.

Матеріали, реактиви та обладнання: молоко і (чи) молочні продукти; терези лабораторні; шафа сушильна електрична або іншого аналогічного типу; ексікатор; бюкс скляний; піпетки об'ємом 10 см^3 ; палички скляні; нагрівний прилад; водяна баня, сито з отворами діаметром $1 \div 1,5$ мм; пісок промитий і прожарений; безводний кальцій хлорид; хлоридна кислота $\text{HCl}(\rho=1,19 \text{ г/см}^3)$; вода дистильована.

Хід визначення

У сушильну шафу поміщають скляний бюкс з $20 \div 30$ г підготовленого піску, скляною паличкою, що не виступає за край бюкса, і витримують за температури 103 ± 2 °С протягом $30 \div 40$ хв. Після цього бюкс виймають із сушильної шафи,

закривають кришкою, охолоджують в ексикаторі протягом 40 хв, зважують з похибкою не більше 0,001 г. У бюкс піпеткою вносять 10 см³ молока, або 5÷10 г морозива, або 3÷5 г сиру, зважують з похибкою не більше 0,001 г, закривають кришкою й одразу зважують.

Вміст бюкса ретельно перемішують скляною паличкою і, при постійному перемішуванні, нагрівають на водяній бані до отримання сипучої маси. Потім відкритий бюкс з кришкою поміщають у сушильну шафу з температурою 103±2 °С. Витримують 2 год, виймають бюкс з сушильної шафи, закривають кришкою, охолоджують в ексикаторі протягом 40 хв і зважують.

Наступне зважування проводять після повторного висушування (протягом 1 год) до тих пір, доки різниця між двома зважуваннями буде рівна або менше 0,001 г.

Примітка. Якщо під час одного із зважувань після висушування буде зафіксовано збільшення маси, для розрахунку приймають результати попереднього зважування.

Масову частку сухої речовини C , % обчислюють за формулою:

$$C = \frac{m_1 - m_0}{m - m_0} \cdot 100\%,$$

де: m_0 – маса бюкса з піском і скляною паличкою, г; m – маса бюкса з піском, скляною паличкою і наважкою досліджуваного продукту до висушування, г; m_1 – маса бюкса з піском, скляною паличкою і наважкою досліджуваного продукту після висушування, г.

Різниця між двома паралельними визначеннями повинна бути не більше 0,1 % для молока і 0,2 % – для морозива, сиру та інших кисломолочних продуктів. За кінцевий результат приймають середнє арифметичне значення двох паралельних визначень.

Масову частку вологи в продуктах W ,% обчислюють за формулою:

$$W = 100 - C,$$

де C – масова частка сухої речовини, %.

Записати висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

Визначення масової частки білка в молоці

Вміст білка в молоці та молочних продуктах – важливий показник якості, який визначає їх харчову та біологічну цінність. Від кількості білка в молоці в значній мірі залежить вихід таких молочних продуктів, як домашній сир, тверді сири.

Найбільш поширеним для визначення білка в молоці та молочних продуктах є рефрактометричний метод.

Рефрактометричний метод визначення білка в молоці

Метод заснований на встановленні різниці показників заломлення досліджуваного молока і сироватки, отриманої після осадження білків розчином кальцій хлориду під час кип'ятіння.

Матеріали, реактиви та обладнання: молоко; прозорий фільтрат (сироватка); 4 %-ний розчин кальцій хлориду; пробірки; лійки; водяна баня; складчастий фільтр; конічна колба об'ємом 100÷150 см³; термометр; рефрактометр.

Хід визначення

Відбирають піпеткою 5 см³ молока, поміщають його в пробірку, додають 5÷6 крапель 4%-го розчину кальцій хлориду. Пробірку витримують на бані з киплячою водою 10 хв. Потім вміст пробірки фільтрують через складчастий фільтр. Температуру фільтрату доводять до 20 °С. На рефрактометрі визначають показник заломлення отриманого прозорого фільтрату (сироватки) і показник заломлення вихідного молока також за температури 20°С.

Вміст білка (%) в молоці розраховують за формулою

$$a = \frac{n_{D_m}^{20} - n_{D_\phi}^{20}}{0,002045}$$

де: $n_{D_m}^{20}$ - показник заломлення молока; $n_{D_\phi}^{20}$ - показник заломлення сироватки; 0,002045 – коефіцієнт, який дозволяє виразити отриману різницю показників заломлення молока і сироватки (% від загального білка).

Записати висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

Визначення масової частки лактози в молоці

Лактозу в молоці та молочних продуктах визначають хімічними (йодометричним і перманганатометричним) або фізичними (поляриметричним і рефрактометричним) методами.

Рефрактометричний метод – найбільш простий, але за точністю він поступається хімічним методам. У ньому використовують показник заломлення фільтрату, отриманого під час осадження білків молока розчином CaCl_2 (див. роботу № 6). Масову частку лактози (%) знаходять в залежності від величини показника заломлення фільтрату за таблицею.

Таблиця

Масова частка лактози у молоці в залежності від показника заломлення

Показник заломлення	Масова частка лактози (%)	Показник заломлення	Масова частка лактози (%)
1,3390	3,01	1,3413	4,13
1,3391	3,06	1,3414	4,18
1,3392	3,11	1,3415	4,23
1,3393	3,16	1,3416	4,28
1,3394	3,21	1,3417	4,33
1,3395	3,26	1,3418	4,38
1,3396	3,31	1,3419	4,44
1,3397	3,36	1,3420	4,49
1,3398	3,42	1,3421	4,54
1,3399	3,47	1,3422	4,59
1,3400	3,52	1,3423	4,64
1,3401	3,57	1,3424	4,69
1,3402	3,62	1,3425	4,74
1,3403	3,67	1,3426	4,79
1,3404	3,70	1,3427	4,84
1,3405	3,72	1,3428	4,89
1,3406	3,77	1,3429	4,95
1,3407	3,82	1,3430	5,00
1,3408	3,87	1,3431	5,05
1,3409	3,93	1,3432	5,10
1,3410	3,98	1,3433	5,15
1,3411	4,03	1,3434	5,20

Записати висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8

Визначення фосфатів у твердих сирах в розрахунку на загальний фосфор

Метод визначення масової частки загального фосфору в сирі й плавленому сирі базується на повному руйнуванні органічних речовин продукту під дією сульфатної кислоти і гідроген пероксиду (мокра мінералізація), додаванні розчину натрій молібдату в аскорбіновій кислоті, фотометричному вимірюванні оптичної густини утвореного фосфоромолібденового комплексу синьо-блакитного кольору за довжини хвилі 820 нм.

Допускається проводити суху мінералізацію (озолення), якщо показники визначення будуть не нижчі, ніж при проведенні мокрої мінералізації.

Матеріали, реактиви та обладнання: сир (плавлений сир); бюкс скляний; ексікатор; баня водяна з нагрівачем, що дозволяє підтримувати температуру від 0 до 100 °С; терези лабораторні; м'ясорубка; витяжна шафа для відводу кислотних парів; блок для прожарювання; колби Кельдаля або пробірки об'ємом 25 см³; кульки скляні; циліндри вимірювальні об'ємом 5 та 25 см³; колби вимірювальні об'ємом 50 та 100 см³; піпетки об'ємом 1, 2, 3, 5, 10 см³; спектрофотометр; кювети довжиною оптичного шляху 10 мм.

Гідроген пероксид H₂O₂; натрій молібдат (Na₂MoO₄·2H₂O); аскорбінова кислота (C₆H₈O₆); сульфатна кислота H₂SO₄ (ρ=1,84 г/см³); калій дигідрогенфосфат (KH₂PO₄); вода дистильована.

Приготування розчинів

Розчин натрій молібдату. У вимірювальну колбу на 500 см³ вносять 12,50 г натрій молібдату (Na₂MoO₄·2H₂O), доводять об'єм розчином сульфатної кислоти концентрацією 5 моль/дм³ до позначки і перемішують.

Розчин аскорбінової кислоти. У вимірювальну колбу об'ємом 200 см³ вносять 10 г аскорбінової кислоти (C₆H₈O₆), доводять об'єм дистильованою водою до позначки і перемішують.

Змішаний розчин. У вимірювальну колбу на 100 см³ вносять 25 см³ розчину натрій молібдату і 10 см³ розчину аскорбінової кислоти, доводять об'єм дистильованою водою до позначки, ретельно перемішують.

Стандартний розчин калій дигідрогенфосфату. Для приготування основного розчину зважують наважку КН₂РО₄, яка містить 0,1 г основної речовини (фосфору).

Розрахунок. Масу наважки КН₂РО₄ в грамах обчислюють за формулою:

$$X = \frac{136 \cdot 0,1}{31} = 0,4387(\text{г})$$

де: 136 – молярна маса КН₂РО₄, 31 – маса фосфору.

В бюкс вносять 1 г КН₂РО₄ і поміщають його в ексікатор з концентрованою Н₂SO₄, висушують протягом 48 год до постійної маси. У вимірювальну колбу об'ємом 1000 см³ вносять 0,4387 г висушеного КН₂РО₄, розчиняють дистильованою водою і доводять нею об'єм до позначки, перемішують (*основний розчин*, 100 мкг/см³ фосфору). Для приготування *робочого розчину* (10 мкг/см³ фосфору) у вимірювальну колбу об'ємом 500 см³ вносять 50 см³ основного розчину, доводять дистильованою водою до позначки, перемішують.

Підготовка проби. Пробу готують безпосередньо перед визначенням. За допомогою м'ясорубки подрібнюють 50±1 г зразка, перемішують до одержання пастоподібної маси.

Хід визначення

З підготовленої проби відбирають наважку масою 1 г і зважують у колбі Кельдаля з точністю до 0,001 г, додають три скляних кульки, 4 см³ концентрованої Н₂SO₄. Якщо масова частка вологи в пробі менша, ніж 50 %, то наважка складає 0,5 г.

Мінералізація наважки. Колбу Кельдаля поміщають у витяжній шафі й нагрівають до утворення мінімальної піни. В колбі підтримують слабе кипіння, уникаючи локальних перегрівів. Не допускають викиду піни з колби. Після завершення піноутворення, колбу з наважкою охолоджують на повітрі до кімнатної температури. Потім додають 3÷4 краплі гідроген пероксиду і знову нагрівають, періодично

перемішуючи круговими рухами, уникаючи локальних перегрівів. Повторюють цю процедуру до тих пір, доки вміст колби знебарвиться і стане прозорим.

Горловину колби ополіскують 2 см³ дистильованої води і продовжують нагрівання колби до повного випаровування води. Для видалення слідів гідроген пероксиду продовжують нагрівання колби протягом 30 хв, охолоджують на повітрі до кімнатної температури. Вміст колби переносять у вимірювальну колбу на 100 см³, доводять об'єм мінералізату дистильованою водою до позначки, ретельно перемішують.

У вимірювальну колбу об'ємом 50 см³ вносять 1 см³ отриманого мінералізату, додають 25 см³ дистильованої води, 20 см³ змішаного розчину натрій молібдату і аскорбінової кислоти, доводять об'єм розчину до позначки дистильованою водою, перемішують. Колбу витримують на киплячій водяній бані 15 хв; охолоджують у холодній воді до кімнатної температури. Вимірюють оптичну густину за довжини хвилі 820 нм.

Побудова калібрувального графіка. В 5 пронумерованих вимірювальних колб об'ємом 50 см³ вносять 0, 1, 2, 3 і 5 см³ робочого розчину КН₂РO₄, що відповідає 0, 10, 20, 30 і 50 мкг фосфору. В кожен колбу додають по 20 см³ дистильованої води, 20 см³ змішаного розчину натрій молібдату й аскорбінової кислоти. Об'єми розчинів доводять дистильованою водою до позначки, ретельно перемішують. Колби витримують на киплячій водяній бані протягом 15 хв; охолоджують у холодній воді до кімнатної температури. Вимірюють оптичну густину розчинів за довжини хвилі 820 нм. Будують калібрувальний графік залежності оптичної густини від маси фосфору. На осі абсцис відкладають масу фосфору, мкг; на осі ординат – відповідні значення оптичної густини.

Масову частку загального фосфору X, % обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_0}{m_1 \cdot 10^6} \cdot 100\%,$$

де: m₁ – маса наважки продукту, г; m₀ – маса загального фосфору, визначеного за калібрувальним графіком, мкг; 10⁶ – коефіцієнт переведення мкг в грами. Затисати висновки

Розділ 3. ЯКІСНИЙ І КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ ВУГЛЕВОДІВ

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9

Якісне визначення вуглеводів

9.1. Реакція з α -нафтолом і тимолом

Під час взаємодії α -нафтолу і тимолу з цукрами за наявності концентрованої сульфатної кислоти з'являється характерне забарвлення.

Матеріали, реактиви та обладнання: піпетки; пробірки; 1 %-ний розчин цукру; 0,2 %-ний спиртовий розчин α -нафтолу (0,5 г α -нафтолу розчиняють у 50 см³ етилового спирту; перед застосуванням розводять дистильованою водою у 5 разів); 1 %-ний спиртовий розчин тимолу; концентрована сульфатна кислота, $\rho=1,835$ г/см³.

Хід визначення

У 2 пробірки наливають по 2 см³ 1 %-ного розчину цукру. У першу пробірку додають 5 краплин 0,2 %-ного розчину α -нафтолу, в другу – 5 краплин 1 %-ного розчину тимолу. Потім в обидві пробірки по стінках добавляють по 2 см³ концентрованої сульфатної кислоти H₂SO₄. На межі між кислотою та розчином цукру у пробірці з α -нафтолом виникає фіолетове забарвлення, у пробірці з тимолом – червоне.

9.2. Реакція з реактивом Фелінга

Під час нагрівання досліджуваного вуглеводу з реактивом Фелінга за наявності редукуючих цукрів утворюється червоний осад. Реактив Фелінга – це суміш купрум сульфату і лужного розчину калій-натрій виннокислового (сегнетової солі). Реакція зумовлена окисненням вуглеводу (наприклад, глюкози) і відновленням купрум гідрооксиду до купрум(I) оксиду. Надлишок Cu(OH)₂, з якого під час нагрівання утворюється купрум(II) оксид – осад чорного кольору, затемнює реакцію за малих кількостей глюкози в досліджуваному розчині. За наявності сегнетової солі цього не відбувається (вона зв'яже купрум гідрооксид). Сахароза, на відміну від глюкози, фруктози, лактози, мальтози та інших редукуючих цукрів, дає негативну

реакцію з реактивом Фелінга. Під час кип'ятіння сахарози з сульфатною кислотою відбувається гідролітичне розщеплення її на еквімолекулярні кількості D-глюкози та D-фруктози, які мають редуруючі властивості і дають позитивну реакцію з реактивом Фелінга.

Матеріали, реактиви та обладнання: колби на 500 см³; терези лабораторні; пробірки; піпетки; гумова груша або дозатор; 5 %-ний розчин лактози; 5 %-ний розчин сахарози; 10 %-ний розчин натрій гідроксиду; 1 %-ний розчин купрум(II) сульфату; 10 %-ний розчин сульфатної кислоти, дистильована вода.

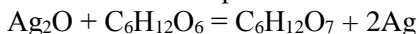
Реактив Фелінга. Розчин I – 34,66 г перекристалізованого купрум сульфату розчиняють дистильованою водою у вимірювальній колбі на 500 см³; розчин II – 173 г сегнетової солі (подвійна натрієво-калієва сіль тартратної кислоти KNaC₄H₄O₆·4H₂O) розчиняють у невеликій кількості дистильованої води у вимірювальній колбі на 500 см³, додають 50 г натрій гідроксиду й розчиняють в 400 см³ дистильованої води, доливають водою до позначки, перемішують. Перед застосуванням змішують рівні об'єми розчинів I і II. При цьому утворюється купрум(II) гідроксид темно-синього кольору, який розчиняється за наявності тартратів.

Хід визначення

У першу й другу пробірку наливають по 2 см³ 5 %-ного розчину сахарози, а в третю – 5 %-ного розчину лактози. У другу пробірку вносять 3 краплини 10 %-ного розчину сульфатної кислоти, кип'ятять і нейтралізують, додаючи 3 краплини 10 %-ного розчину натрій гідроксиду. Потім у всі три пробірки наливають по 1 см³ реактиву Фелінга й нагрівають до кипіння. У першій пробірці голубий колір розчину залишається без зміни, а в другій і третій пробірках з'являється червоний осад купрум(I) оксиду.

9.3. Реакція відновлення амоніачного срібла

Розчин амоніачного срібла під час взаємодії з глюкозою дає дзеркальний наліт металічного срібла:



Матеріали, реактиви та обладнання: пробірки; піпетки; гумова груша або дозатор; 1%-ний розчин глюкози; 3%-ний розчин аргентум нітрату; 10%-ний розчин амоніаку.

Хід визначення

У пробірку наливають 2 см³ 3 %-ного розчину аргентум нітрату і додають 2 краплини 10 %-ного розчину амоніаку. Отриманий осад аргентум оксиду розчиняють, доливаючи краплинами розчин амоніаку (уникаючи надлишку). До амоніачного розчину аргентуму додають 1÷2 см³ 1 %-ного розчину глюкози і нагрівають на киплячій бані 2 хв, не збовтуючи. На стінках пробірки утворюється дзеркальний наліт металічного срібла.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10

Кількісне визначення сахарози перманганатометричним методом

Сахароза – тростинний або буряковий цукор. Як харчовий продукт виробляють у вигляді кристалічного білого цукру-піску з масовою часткою сахарози 99,90 % або цукру-рафінаду, з масовою часткою сахарози 99,75 %.

Метод ґрунтується на визначенні маси цукру до інверсії (редукуючих цукрів) і після інверсії (суми інвертного цукру-сахарози і редукуючих цукрів) титриметричним методом. Масову частку відновленої сахарози визначають за об'ємом розчину калій перманганату, витраченого на титрування солі феруму(II) – продукту взаємодії солі Fe(III) і Cu(I) оксиду.

Матеріали, реактиви та обладнання: концентрат; терези лабораторні з межею зважування 200 г; водяна баня або термостат, що дозволяє підтримувати температуру 30÷80 °С; насос Комовського або масляний; бюретки об'ємом 25 і 50 см³; ділильні лійки скляні; колби вимірювальні об'ємом 100, 250 і 1000 см³; колби з тубусом об'ємом 500 см³; колби конічні об'ємом 250 см³; піпетки на 1, 5, 20 і 50 см³; термометр скляний з діапазоном вимірювання 0÷100 °С з ціною поділки 1 °С; лійка фільтруюча; циліндри вимірювальні об'ємом 10, 50 і 250 см³; секундомір або годинник; плитка електрична; склянки об'ємом

25, 50 см³; крапельниця лабораторна скляна; фільтрувальний папір; індикаторний папір універсальний.

Амоній оксалат; натрій гідроксид, розчини 100 і 200 г/дм³; калій перманганат; насичений на холоді розчин залізо-амонійних галунів; хлоридна кислота, $\rho=1,19$ г/см³ і $\rho=1,103$ г/см³; сульфатна кислота, $\rho=1,84$ г/см³; нітратна кислота, $\rho=1,41$ г/см³; метиловий червоний; цинк сульфат, розчин 300 г/дм³; калій гексаціаноферат(II) $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$, розчин 150 г/дм³; дистильована вода.

Приготування насиченого розчину залізо-амонійних галунів. До 250 см³ розчину залізо-амонійних галунів, насиченого на холоді, додають 25 см³ концентрованої сульфатної кислоти. Розчин перемішують, охолоджують, переносять у вимірювальну колбу на 1000 см³ і доводять дистильованою водою до позначки.

Розчин не повинен містити іонів ферум(II), присутність яких перевіряють додаванням до 20 см³ розчину галунів 1÷2 крапель розчину калій перманганату (за повного окиснення солей феруму(II) малиновий колір доданого окисника не повинен знебарвлюватись протягом 1 хв, в іншому випадку ще треба додавати по 1÷2 краплі розчину окисника).

Приготування розчину калій перманганату. Зважують $5 \pm 0,0004$ г калій перманганату, розчиняють в 1 дм³ попередньо прокип'яченої дистильованої води. Розчин переливають в склянку з темного скла і витримують не менше 8 діб; 1 см³ розчину відповідає 10 мг купруму.

Для встановлення титру калій перманганату зважують $0,25 \pm 0,0001$ г амоній або натрій оксалату, розчиняють в 100 см³ дистильованої води в конічній колбі і додають 2 см³ сульфатної кислоти. Розчин нагрівають на водяній бані до 85 ± 5 °С, титрують розчином калій перманганату до появи малинового забарвлення.

Титр калій перманганату $T_{(KMnO_4)}$, виражають в мг міді в 1 см³ і обчислюють за формулою:

$$T_{KMnO_4/Cu} = \frac{m \cdot K \cdot 1000}{V_0},$$

де: m – маса наважки оксалату амонію або натрію, г; K – коефіцієнт перерахунку оксалатних солей на мідь (для амоній оксалату $K=0,8942$; для натрій оксалату $K=0,9483$); V – об'єм розчину калій перманганату, що витратили на титрування, см^3 .

Приготування розчину Фелінга (див. п. 9.2)

Приготування розчину HCl густиною 1,103 г/см³. У вимірювальну колбу об'ємом 100 см^3 переносять піпеткою 50,8 см^3 розчину HCl з $\rho=1,190$ г/см³ і доводять вміст колби до позначки дистильованою водою.

Хід визначення

З проби концентрату в склянку об'ємом 25÷50 см^3 беруть наважку масою 1,5÷10 г, зважують з похибкою не більше 0,01 г з таким розрахунком, щоб масова частка цукру в отриманих розчинах була в межах 0,3÷1,0 %. Для продуктів, що містять сахарози 30, 45, 64 % маса наважка повинна в середньому складати 2,5; 2,0; 1,3 г відповідно.

Наважку через лійку кількісно переносять у вимірювальну колбу на 250 см^3 , використовуючи 150 см^3 дистильованої води, і залишають на 1 годину для переходу вуглеводів у розчин, часто збовтуючи. Для освітлення розчину і звільнення від розчинних у воді компонентів, які заважають визначенню вуглеводів, у колбу додають розчин цинк сульфату (1 см^3 – під час аналізу киселю, 3 см^3 – у випадку напівфабрикатів мучних виробів, 2 см^3 – для всіх видів концентратів). Обережно перемішують розчин, потім додають розчин калій гексаціаноферату(II) в тих самих об'ємах, що і розчин цинк сульфату. Вміст колби знову обережно перемішують і залишають на 5÷10 хв.

Прозорість шару рідини над осадом свідчить про повноту осадження компонентів, які заважають визначенню вуглеводів. Якщо рідина залишається непрозорою, то добавляють ще по 1 см^3 розчинів осаджувачів. Потім вміст колби доводять дистильованою водою до позначки, перемішують, фільтрують через складчастий фільтр в суху колбу. Цей фільтрат використовують для визначення вуглеводів.

Визначення вуглеводів до інверсії. В конічну колбу об'ємом 250 см^3 піпеткою наливають послідовно по 20 см^3 розчину № 1 і розчину № 2 (див. п.9.2 реактив Фелінга). Після перемішування в колбу вносять за допомогою піпетки 20 см^3

фільтрату, перемішують, нагрівають до кипіння і кип'ять протягом 3 хв з моменту появи бульбашок.

Закінчивши нагрівання, дають осісти осаду Cu_2O (рідина над осадом повинна бути світло-синього кольору). Гарячу рідину фільтрують через фільтруючу лійку зі скляним фільтром (попередньо нанести на нього дрібно-волокнистий азбестовий шар товщиною 1 см) слідкуючи, щоб осад не попадав на фільтр. Колбу і фільтр промивають кілька разів киплячою дистильованою водою до зникнення лужної реакції промивних вод. Осад Cu_2O повинен бути весь час покритий рідиною для усунення можливості реакції його з повітрям і переходу в CuO .

Колбу з тубусом звільняють від фільтрату і промивних вод, ретельно промивають спочатку водопровідною, а потім дистильованою водою. В колбу з осадом Cu_2O додають $20 \div 30 \text{ см}^3$ розчину залізо-амонійних галунів, розчиняють осад; отриманий розчин переносять на фільтр і збирають в колбі для відсмоктування. Після розчинення всього осаду колбу і фільтр промивають кілька разів невеликими порціями дистильованої води. Вміст колби з тубусом титрують розчином калій перманганату до появи слабо-малинового забарвлення.

Масу вуглеводів до інверсії m_1 , мг, обчислюють за формулою:

$$m_1 = 4,52 \cdot 10^{-4} \cdot m_{(\text{Cu})}^2 + 4,81 \cdot 10^{-1} \cdot m_{(\text{Cu})},$$
$$m_{(\text{Cu})} = T_{(\text{KMnO}_4)} \cdot V,$$

де: $m_{(\text{Cu})}$ – маса купруму, мг; $T_{(\text{KMnO}_4)}$ – титр розчину калій перманганату, виражений в мг купруму в 1 см^3 розчину; V – об'єм розчину KMnO_4 , що витратили на титрування, см^3 .

Визначення вуглеводів після інверсії. Підготовленого для аналізу фільтрату об'ємом 50 см^3 переносять піпеткою у вимірювальну колбу на 100 см^3 , додають 10 см^3 хлоридної кислоти густиною $1,103 \text{ г/см}^3$.

Колбу витримують у термостаті або на водяній бані за температури $62 \pm 2^\circ\text{C}$ протягом 10 хв. Потім вміст колби швидко охолоджують до кімнатної температури, нейтралізують розчином натрій гідроксиду масовою концентрацією 100 г/дм^3 за наявності метилового червоного до появи жовтого забарвлення, потім доводять об'єм розчину дистильованою водою до позначки. Розчин перемішують і відбирають для

аналізу не більше 20 см³. За високого вмісту інвертного цукру в розчині, відбирають для аналізу менший об'єм, який потім доводять до 20 см³ дистильованою водою.

Масу вуглеводів після інверсії m_2 , мг, обчислюють за формулою:

$$m_2 = 5,20 \cdot 10^{-4} \cdot m^2_{(\text{Cu})} + 4,74 \cdot 10^{-1} \cdot m_{(\text{Cu})},$$

Масову частку вуглеводів до інверсії X , %, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot 100 \cdot 20} \cdot 100\%,$$

де m_1 – маса цукрів до інверсії, мг; V_1 – об'єм витяжки приготовленої з наважки, см³; m – маса наважки досліджуваного концентрату, мг; 20 – об'єм фільтрату взятий для визначення цукру.

Масову частку вуглеводів після інверсії X_1 , % обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot V_1 \cdot V_2}{m \cdot 100 \cdot 50 \cdot V_3} \cdot 100\%,$$

де: m_2 – маса цукрів після інверсії, мг; V_2 – об'єм, до якого доведений розчин після інверсії, см³; V_3 – об'єм розчину взятий для аналізу після інверсії, см³; 50 – об'єм фільтрату взятий для проведення інверсії, см³.

Масову частку сахарози S , %, обчислюють за формулою:

$$S = 0,95 \cdot (X - X_1),$$

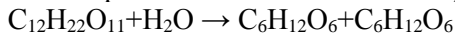
де: 0,95 – коефіцієнт перерахунку інвертного цукру на сахарозу; X – масова частка вуглеводів до інверсії, %; X_1 – масова частка вуглеводів після інверсії, %.

Записати висновки

Термінологічний словник

Інвертний цукор – сума однакових кількостей глюкози і фруктози, яка утворюється при інверсії сахарози.

Інверсія сахарози – процес утворення глюкози і фруктози під час розщеплення сахарози за наявності кислот за рівнянням:



ЛІТЕРАТУРА

1. Коренман, Я. И. Практикум по аналитической химии (оптические методы анализа) [Текст] / Я. И. Коренман. – Воронеж : Изд-во ВГУ, 1989. – 232 с.
2. Жванко, Ю. И. Аналитическая химия и технохимический контроль в общественном питании [Текст] / Ю. И. Жванко, Г. В. Панкратова, З. И. Мамедова. – М. : Химия, 1980. – 342 с.
3. Инихов, Г. С. Методы анализа молока и молочных продуктов [Текст] / Г. С. Инихов, Н. П. Брио. – М. : Пищ. пром-ть, 1971. – 276 с.
4. Методы анализа пищевых продуктов [Текст] / Под. ред. Ю. А. Клячко. – М. : Наука, 1988. – 358 с.
5. Основи експертизи продовольчих товарів [Текст] : навч. посіб. для студентів вищих навчальних закладів / В. Д. Малигіна, Л. Д. Титаренко, Л. В. Породіна та ін. – К. : Кондор, 2009. – 296 с.
6. Душейко, В. А. Фізико-хімічні методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навч. посібник / В. А. Душейко. – К. : КНТЕУ, 2003. – 202 с.
7. Димань, Т. М. Безпека продовольчої сировини і харчових продуктів [Текст] / Т. М. Димань, Т. Г. Мазур. – К. : Академія, 2011. – 520 с.
8. Нечаев, А. П. Пищевая химия [Текст] / А. П. Нечаев, С. Е. Траубенберг, А. А. Кочеткова. – СПб. : ГИОРД, 2007. – 640 с.
9. Коренман, Я. И. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов [Текст] / Я. И. Коренман, Р. П. Лисицкая. – Воронеж : Изд-во гос. технол. акад., 2002. – 408 с.
10. Яшин, Я. И. Анализ пищевых продуктов и напитков [Текст] / Я. И. Яшин. – М. : Колос, 2006. – 67 с.

ЗМІСТ

ВСТУП	3
Розділ 1. М'ЯСНІ ПРОДУКТИ	4
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1	
Визначення натрій хлориду у м'ясних виробих	6
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2	
Визначення жиру у м'ясі та м'ясних продуктах.....	8
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3	
Визначення масової частки вологи у м'ясі та м'ясних продуктах	10
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4	
Визначення нітрит-іонів у м'ясних продуктах	12
Розділ 2. МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ	16
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5	
Визначення вологи й сухого залишку в молоці та молочних продуктах	16
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6	
Визначення масової частки білка в молоці	18
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7	
Визначення масової частки лактози в молоці.....	19
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8	
Визначення фосфатів у твердих сирах в розрахунку на загальний фосфор	20
Розділ 3. ЯКІСНИЙ І КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ ВУГЛЕВОДІВ	23
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9	
Якісне визначення вуглеводів	23
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10	
Кількісне визначення сахарози перманганатометричним методом	25
ЛІТЕРАТУРА	30

Навчальне видання

ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ ПРОДУКТІВ ХАРЧУВАННЯ

Методичні рекомендації до лабораторних робіт

Укладачі : *Воробець М.М.*, *Волощук А.Г.*, *Горлій А.С.*

Відповідальний за випуск *Кобаса І.М.*

Підписано до друку 13.06.2013. Формат 60x84/16.

Папір офсетний. Друк офсетний. Ум. друк. арк. 1,8

Обл.-вид. Арк.1,9. Тираж 50 Зам.М-019

**Видавництво та друкарня Чернівецького національного університету
58012, Чернівці, вул. Коцюбинського, 2**

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК №891 від 08.04.2002.