Министерство образования и науки Российской Федерации

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, МЕХАНИКИ И ОПТИКИ

ИНСТИТУТ ХОЛОДА И БИОТЕХНОЛОГИЙ

Ю.Г. Базарнова

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Учебно-методическое пособие

Санкт-Петербург
2013

УДК 664.8.037

Базарнова Ю.Г. Методы исследования сырья и готовой продукции: Учеб.-метод. пособие. – СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2013. – 76 с.

Содержит рабочую программу, теоретические положения и методические указания для самостоятельного изучения дисциплины «Методы исследования мяса и мясных продуктов», выполнения лабораторных работ, а также контрольные задания для бакалавров, обучающихся заочно по направлению 260200 Продукты питания животного происхождения.

Рецензент: кандидат техн. наук, доц. Е.П. Сучкова

Рекомендовано к печати редакционно-издательским советом Института холода и биотехнологий

В 2009 году Университет стал победителем многоэтапного конкурса, в результате которого определены 12 ведущих университетов России, которым присвоена категория «Национальный исследовательский университет». Министерством образования и науки Российской Федерации была утверждена программа его развития на 2009–2018 годы. В 2011 году Университет получил наименование «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики».

© Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, 2013

© Базарнова Ю.Г., 2013

ВВЕДЕНИЕ

Исследование пищевых систем – одна из важнейших задач технологии питания, тесно связанная с аналитической и физической химией и другими областями знаний.

Пищевые продукты – сложные по структуре многокомпонентные системы, качество которых зависит от свойств и совокупности изменений в составе и структуре пищевого сырья при его технологической обработке и последующем хранении.

В современных условиях оценка качества и рациональное использование пищевого сырья осуществляются на основе исследования его состава и физико-химических свойств с использованием современных органолептических и инструментальных методов анализа.

Применение современных инструментальных методов анализа позволяет комплексно изучить структуру, состав и свойства пищевого сырья и продуктов его переработки для объективной оценки их качества и безопасности.

Современные методы исследования незаменимы также для установления безвредности пищевого сырья в связи с возможным попаданием в них различных химических соединений, применяемых для борьбы с вредителями сельского хозяйства (пестициды), радиоактивных изотопов, искусственных красителей, химических консервантов, полициклических ароматических углеводородов. Кроме того, они позволяют глубоко изучить состав и свойства пищевых продуктов, их качество и пищевую ценность, выявить изменения, не обнаруживаемые органолептическими или обычными физическими и химическими методами, спрогнозировать изменение качества, установить способы хранения и сроки использования.

Для контроля процессов хранения пищевого сырья и продуктов его переработки большое значение приобретают дистанционные методы определения температуры, влажности и других условий хранения (освещенности, состава и движения воздуха), на основе которых могут быть обеспечены оптимальные режимы хранения.

Дисциплина «Методы исследования сырья и готовой продукции» изучается бакалаврами направления 260100.62 – Технология продуктов питания в рамках учебной программы общим объемом 36 ч лекций, 18 ч лабораторных и 48 ч самостоятельной работы.

Изучение курса завершается зачетом при условии полностью выполненного лабораторного практикума.

Особое внимание уделено изучению классификации и теоретических основ методов исследования пищевого сырья и продуктов его переработки, а также практическому освоению лабораторных методов исследования их состава и свойств.

Курс базируется на изученных ранее базовых дисциплинах: математике, физике, общей, неорганической и аналитической химии.

Для изучения дисциплины бакалавры могут использовать литературу, приведенную в конце учебно-методического пособия, а также материалы, найденные в периодических изданиях и в сети Интернет.

Защита лабораторных работ проходит при наличии оформленного отчета в интерактивной форме методами «дискуссия» и «портфолио».

Форма титульного листа для оформления отчета по лабораторному практикуму приведена в прил. 1 учебно-методического пособия.

1. РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ И МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1.1. Классификация методов исследования пищевого сырья и продуктов

Предмет и задачи курса, связь с другими дисциплинами.

Инструментальные и органолептические методы исследования пищевых продуктов. Классификация методов исследования пищевого сырья и продуктов его переработки: химические, физико-химические и биохимические методы.

В результате изучения данного подраздела бакалавр должен знать основные принципы классификации методов исследования пищевого сырья и продуктов его переработки.

В зависимости от используемых средств методы исследования пищевых продуктов подразделяют на инструментальные и органолептические.

Для определения количества или качества отдельных органических и неорганические веществ, входящих в состав пищевых продуктов, используют *химические методы*, в основе которых лежат специфические для исследуемого вещества количественные или качественные химические реакции с определенными реактивами.

Физико-химические методы применяют при определении сахаров, жиров, некоторых витаминов и других веществ. С помощью спектральных методов анализа определяют элементарный и молекулярный состав продуктов, в том числе содержание микро- и макроэлементов, витаминов А, К, B_1, B_6 и др.

Применение хроматографических методов анализа позволяет определить аминокислотный и жирно-кислотный состав мясных продуктов, содержание летучих органических токсических веществ – нитрозаминов.

С помощью ядерного магнитного резонанса (ЯМР) можно определить состав и степень связывания влаги в растительной и животной ткани.

В практике определения свойств мяса широко используют pH-метрию – метод измерения активной кислотности водных экстрактов из мышечной ткани мяса, основанный на потенциометрическом определении концентрации ионов водорода. Показатель pH позволяет судить о стабильности свойств мясного сырья в отношении развития микробиологических процессов, окислительных изменений, а также об уровне гидратации белков, способности системы удерживать влагу.

Физические методы анализа отличаются большой производительностью и позволяют всесторонне охарактеризовать состав и свойства продуктов и их безопасность. Физические методы основаны на изучении структурно-механических, оптических и электрических свойств пищевых продуктов, которые позволяют определить структуру и состояние основных пищевых нутриентов.

С помощью физических методов определяют относительную плотность и удельную массу, температуру плавления и кристаллизации, коэффициент преломления света, механическую устойчивость и прочность, эластичность и пористость, имеющие несомненное значение для оценки свойств мяса и мясопродуктов.

Биохимические методы анализа широко используют при изучении изменения или формирования качества продуктов при хранении. Например, при созревании мяса и рыбы исследуют процессы гидролиза, автолиза и др.; при хранении плодов и овощей – процессы дыхания.

С помощью *микробиологических методов* определяют степень обсеменения пищевого сырья и продуктов микроорганизмами, в том числе наличие бактерий, вызывающих пищевые отравления (ботулинус, золотистый стафилококк и др.)

Физиологические методы используют при определении биологической ценности и безвредности пищевых продуктов, степени усвоения пищевых веществ, реальной энергетической способности.

Органолептические методы используют для оценки комплекса показателей, определяющих пищевую ценность сырья и продуктов, оцениваемых с помощью органов чувств: зрения, обоняния, вкусовых ощущений и осязания.

Серьезное преимущество органолептического анализа – возможность за короткий срок получить представление о комплексе таких свойств пищевых продуктов, как внешний вид, цвет, вкус,

запах, консистенция и др. Данные показатели имеют решающее значение при оценке качества продукции.

Органолептический метод оценки продуктов предусматривает очередность в определении показателей качества в соответствии с естественной последовательностью восприятия. В первую очередь зрительно оценивают такие качественные характеристики продукта, как внешний вид, форма, цвет; затем с помощью обоняния определяют запах и, наконец, оценивают ощущения, возникающие в полости рта при приеме пищи, – вкус, консистенцию (нежность, жесткость) и сочность. С учетом того что запах и вкус влияют на усвояемость продукта, значение этих показателей при оценке качества очевидно.

Для количественного выражения показателей качества при органолептическом анализе применяют систему балловых оценок. Каждый балл соответствует определенному условию качества, характеризуемому словесным описанием.

В настоящее время для оценки качества мяса и мясопродуктов используют пяти- и девятибалльные шкалы, согласно которым каждый показатель имеет соответственно 5 или 9 степеней качества. Ниже условленного балла продукт считается недоброкачественным.

Рекомендуемая ВНИИМПом десятибалльная шкала расширяет диапазон органолептической оценки качества. Согласно ей каждый показатель шкалы имеет следующие количественные характеристики: для оптимального качества – 9; очень хорошее – 8; хорошее – 7; выше среднего – 6; среднее – 5; приемлемое (но нежелательное) – 4 или 3; неприемлемое – 2 или 1.

Сопоставление органолептической оценки таких показателей продукта, как цвет, запах и консистенция, с данными, полученными с помощью инструментальных методов определения цветовых характеристик, количественного и качественного состава летучих органических веществ и структурно-механических показателей, позволяет выяснить корреляционные зависимости.

Самостоятельная работа бакалавров по подразд. 1.1 заключается в усвоении лекционного материала и работе с литературой [1, 2].

Контрольные вопросы

1. Перечислить основные классификационные принципы методов исследования пищевого сырья и продуктов.
2. В чем состоит принципиальное различие инструментальных и органолептических методов исследования пищевых продуктов?
3. Дать краткую характеристику физических методов исследования пищевых продуктов.
4. Дать краткую характеристику физико-химических методов исследования пищевых продуктов.
5. Дать краткое описание биохимических методов исследования пищевых продуктов.
6. Привести примеры применения химических методов для анализа пищевых продуктов.

1.2. Комплексная оценка качества и безопасности пищевого сырья и продуктов. Основные понятия и термины

Основные понятия, характеризующие качество пищевого сырья и продуктов. Единичные и комплексные показатели качества мяса, способы проведения контроля качества мяса и мясных продуктов.

В результате изучения данного подраздела бакалавр должен знать основные термины, характеризующие понятие «качество пищевых продуктов», а также способы контроля качества.

Качество пищевых продуктов – это совокупность свойств, обеспечивающих физиологические потребности человека в пищевых и вкусовых веществах, т. е. совокупность их пищевой ценности и потребительских достоинств. Качество выпускаемых продуктов зависит от многих факторов, среди которых первостепенное значение имеют состав и свойства сырья, рецептуры, условия и режимные параметры технологических процессов производства и хранения, качество используемого оборудования и упаковки.

Пищевая ценность продуктов – это комплекс веществ, определяющих их биологическую и энергетическую ценность. Она характеризуется доброкачественностью (безвредностью) и усвояемостью продуктов, массовой долей питательных и биологически активных

веществ, а также их соотношением, органолептической и физиологической ценностью.

Доброкачественность пищевых продуктов (гигиенические и токсикологические показатели) характеризуется: органолептическими (цвет, вкус, запах, консистенция, внешний вид) и химическими (химический состав) показателями; отсутствием токсинов (ядов), болезнетворных микробов (сальмонелл, протея, бутулинуса и др.), яиц глистов, вредных соединений (ртути, свинца, 3,4-бензпиррена, пестицидов и др.), семян ядовитых растений и посторонних примесей (металла, стекла и т. д.).

Энергетическая ценность – это количество энергии, которая образуется при биологическом окислении содержащихся в продуктах жиров, углеводов и белков и используется для физиологических функций организма.

Важный показатель пищевой ценности продукта – *содержание питательных веществ и их соотношение.* Оптимальное соотношение между белками, жирами и углеводами в пищевых продуктах для взрослых и детей старшего возраста составляет 1 : 1 : 4, для детей младшего возраста – 1 : 1 : 3.

Однако питательность пищевых продуктов определяется не только их энергетической ценностью, но и *биологической полноценностью*, т. е. сбалансированным содержанием незаменимых аминокислот, полиненасыщенных жирных кислот, фосфолипидов, витаминов, минеральных веществ, полифенольных соединений.

Усвояемость пищевых продуктов выражается коэффициентом усвояемости, показывающим, какая часть продукта в целом используется организмом. Усвояемость зависит от внешнего вида, консистенции, вкуса и аромата продукта, количества и качества пищевых веществ, содержащихся в нем, а также от возраста, самочувствия, организма человека и других факторов. При смешанном питании усвояемость белков принята равной 84,5 %; жиров – 94 %; углеводов – 95,6%.

Влияние органолептических свойств на пищевую ценность продуктов обусловлено воздействием на органы чувств человека и зависит от сложившихся традиций, навыков и вкусов. Внешний вид, консистенция, запах, вкус, состав, степень свежести обусловливают *органолептическую ценность пищевых продуктов*.

Под *физиологической ценностью продуктов* подразумевают влияние содержащихся в них веществ на нервную, сердечно-сосудистую, пищеварительную и другие системы, а также на сопротивляемость организма инфекционным заболеваниям.

Помимо рассмотренных показателей, важной характеристикой качества продуктов является *стабильность свойств*, определяющих степень возможных изменений пищевой ценности и безвредности продукта в процессе хранения, транспортировки и реализации.

Качество продукции оценивают сложным комплексом характеристик, определяемых с помощью различных методов анализа.

Показатель качества – это количественная характеристика одного или нескольких полезных свойств продукта. Качество пищевых продуктов оценивают по единичным и комплексным показателям. Единичный показатель качества характеризует одно из свойств продукта, а комплексный – несколько его свойств.

В отдельных случаях качество продукции оценивают по какому-либо *определяющему показателю.*Так как степень значимости отдельных показателей качества неодинакова, необходимо ввести коэффициент весомости. Он широко применяется при определении органолептических показателей качества.

Коэффициент весомости – количественная характеристика значимости показателя среди других показателей при вычислении комплексного показателя качества. Коэффициент весомости можно определить на основе экспертного заключения.

В наиболее простом виде комплексный показатель качества представляет собой сумму произведения оценок единичных показателей качества и их весомости:

$$K = \sum_{i=1}^{n} m_i K_i ,$$

где n – число показателей в группе; m_i – коэффициент весомости для i-го показателя качества; K_i – значение показателя качества в безразмерной форме. Значение K_i определяют как отношение абсолютного значения показателя качества продукта к абсолютному значению этого показателя у эталонного образца.

При комплексной оценке уровня качества пищевых продуктов используют показатели, дающие представление о пищевой ценности продукта, его безопасности, стабильности свойств и отдельных технологических характеристиках. Каждый из показателей, включенных в совокупность свойств, оценивают комбинацией частных признаков.

В нормативной документации установлены регламентированные значения показателей качества продовольственных товаров, причем указываются их предельные значения, т. е. наибольшие или наименьшие регламентированные значения показателей качества.

Оценка качества продукции – совокупность операций, включающая выбор номенклатуры показателей качества оцениваемой продукции, определение значений этих показателей и сопоставление их с базовыми.

Основным при оценке качества продукции является *технический контроль*, т. е. проверка соответствия продукции или процесса, от которого зависит ее качество, установленным техническим требованиям.

При *сплошном контроле* проверяют качество каждой единицы продукции. Однако методика такого контроля трудоемкая и дорогая, поэтому чаще применяют *выборочный контроль,* т. е. контроль выборок или проб из партий или потока продукции. При правильном проведении выборочного контроля результаты выборочной проверки качества продуктов распространяют на всю партию.

Самостоятельная работа бакалавров по подразд. 1.2 заключается в усвоении лекционного материала и работе с литературой [1, 2].

Контрольные вопросы

1. Какие характеристики входят в понятие «качество» пищевых продуктов? Дать их краткое описание.
2. Что включает понятие доброкачественности пищевого сырья и продуктов?
3. Что включает понятие «пищевая ценность»?
4. Как производится оценка качества пищевых продуктов?
5. Дать характеристику единичных и комплексных показателей качества.

6. Что такое коэффициент весомости?

7. Перечислить основные типы контроля качества пищевых продуктов.

1.3. Общие принципы анализа и подготовки проб Органолептические методы оценки качества пищевых продуктов

Общие принципы анализа пищевого сырья и продуктов его переработки. Понятия разделения и концентрирования.

Подготовка проб пищевых продуктов для анализа.

Особенности органолептической оценки качества пищевых продуктов.

В результате изучения данного подраздела бакалавр должен знать общие принципы анализа пищевого сырья, а также подготовки проб пищевых продуктов для анализа.

Инструментальные методы анализа пищевого сырья и продуктов можно условно разделить на методы разделения и концентрирования и методы обнаружения пищевых компонентов.

Для описания разделения и концентрирования применяют три термина: разделение, концентрирование и выделение.

Разделение – это операция, в результате которой компоненты, составляющие продукт, отделяют один от другого. В одном случае компоненты продукта могут отличаться или не отличаться друг от друга по концентрации, а в другом – резко различаться.

Концентрирование – операция, в результате которой повышается отношение концентрации или количества микрокомпонентов к концентрации или количеству макрокомпонентов продукта. Действительно, чаще всего говорят о концентрировании компонентов, присутствующих в малых или очень малых концентрациях. Концентрирование микроэлементов занимает важное место среди приемов современного анализа.

Под *выделением* подразумевают операцию, при которой нужные компоненты продукта выделяют в самостоятельную фазу или часть фазы.

Для разделения и концентрирования используют чаще всего одни и те же методы: экстракцию; осаждение и соосаждение; сорбционные, кристаллизационные, электрохимические и дистилляционные методы; сублимацию; флотацию и др.

Напротив, методы бумажной и тонкослойной хроматографии больше подходят для разделения пищевых компонентов, чем для их концентрирования.

Эффективность метода анализа зависит от того, насколько правильно выбраны условия, обеспечивающие количественный переход нужного (или мешающего) компонента продукта в одну из фаз.

Аналитический цикл включает отбор пробы, ее обработку для подготовки к определению, собственно определение и обработку результатов.

Концентрирование является составной частью стадии обработки (подготовки) пробы. Наряду с ним этапами этой стадии анализа может быть разложение пробы, например растворением, маскирование и простое разделение отдельных ее компонентов.

Выбор операций на стадии подготовки пробы главным образом зависит от решаемой задачи, природы объекта и метода последующего определения.

За *лабораторный образец* принимают часть средней пробы, выделенную для лабораторного анализа.

Порядок отбора образцов, проб и отдельных единиц для осмотра, испытания или лабораторного исследования устанавливается требованиями нормативно-технической документации на каждый вид продовольственных товаров. Отклонение от установленных правил отбора образцов и проб для анализа ведет к получению недостоверных результатов.

К органолептическим показателям, общим для характеристики почти всех пищевых продуктов, относят внешний вид, вкус, запах, консистенцию. Среди них наиболее значимыми являются внешний вид, вкус и запах, так как они имеют решающее значение для оценки качества пищевых продуктов. Органолептическая оценка этих показателей в большинстве случаев является единственно возможной при определении качества продуктов.

Консистенцию пищевых продуктов также можно определить измерительными методами, однако при этом характеризуется только одно или несколько структурно-механических свойств и не учи-

тывается весь их комплекс, дающий общее представление о консистенции. Только органолептический метод позволяет в полной мере дать общую оценку консистенции пищевых продуктов.

Таким образом, органолептический метод имеет решающее значение при проведении контроля качества пищевых продуктов.

Несмотря на кажущуюся простоту, доступность и быстроту органолептической оценки, требуются значительные знания и навыки для ее оценки.

Органолептическая оценка – это совокупность операций, включающая выбор номенклатуры органолептических показателей качества продукта, определение этих показателей и сопоставление их с базовыми.

Органолептические показатели определяют в такой последовательности: сначала определяют внешний вид, а затем цвет, запах, консистенцию и вкус.

При оценке внешнего вида продукта определяют его форму, характер поверхности, однородность по размеру (плоды, ягоды, овощи и др.).

Внешний вид продукта – это комплексный показатель, включающий ряд таких единичных показателей, как форма, цвет, состояние поверхности.

Для некоторых видов продуктов комплексный показатель «внешний вид» дополняется специфичными показателями. К специфичным показателям относят состояние тары, упаковки или завертки, свежесть, состояние отдельных компонентов, например состояние рассола или заливки, состояние жира и сухожилий, качество бульона, прозрачность (безалкогольные напитки, осветленные соки, растительное масло и др.), качество посола (масло сливочное) или разделки (свежая, копченая рыба), состояние и толщину глазури (мороженая рыба).

При оценке внешнего вида консервной продукции определяют равномерность резки, качество укладки, строение разреза, разлома, состояние заливки, соуса, маринада, сиропа, масла.

При определении цвета устанавливают различные отклонения от цвета, специфического для данного вида продукта. Например, при оценке цвета виноградных вин разных типов решающее значение имеют цветовой тон и насыщенность цвета. Например, цветовой тон марочных сухих вин – рубиново-красный, густой, насыщенный, без

постороннего оттенка; цветовой тон сухих белых вин – желтоватый, цвета чайной розы; кагоров – интенсивный темно-красный.

Чистота цвета, особенно белого, для ряда пищевых продуктов является показателем загрязненности посторонними примесями или окрашенными частицами самого продукта и служит одним из критериев товарного сорта муки, крахмала, поваренной соли.

При органолептической оценке цвета следует учитывать явление цветового контраста, проявляющееся в том, что любой цвет на более темном фоне «светлеет», а на светлом фоне – «темнеет». Поэтому при сопоставлении фактического значения цвета с эталоном необходимо создавать одинаковый фон.

При оценке запаха определяют типичный аромат, гармонию запахов, так называемый «букет», устанавливают наличие посторонних запахов.

Для характеристики запаха некоторых пищевых продуктов применяют термины «аромат» и «букет».

Аромат обусловлен естественными ароматическими веществами исходного сырья, а *букет* – комплексом ароматических соединений, образующихся при технологических процессах формирования продуктов. Так, для соков, быстрозамороженных плодов и овощей, пряностей, плодоовощных консервов применяют термин «аромат»; для вин и зрелых сыров – «букет».

Умение различать оттенки запаха, характерные для исходного сырья, а также обусловленные вновь образованными веществами при производстве продукта и, особенно, при его хранении (посторонние, не свойственные готовому продукту запахи), является важным условием органолептической оценки его качества.

Дегустационную оценку качества продукта должны осуществлять лица, прошедшие испытания на сенсорную чувствительность.

Сенсорный анализ – оценка качества, проведенная оценщиками, у которых предварительно проверены органы чувств, зрение, что гарантирует точность и воспроизводимость результатов.

Сенсорная чувствительность – это способность восприятия внешнего импульса при помощи органов чувств.

Порог чувствительности – это наименьшая интенсивность импульсов, которые воспринимаются органами чувств. Пороги чувствительности для различных видов впечатлений разные. Например, порог вкусовой чувствительности – это наименьшее количество

вкусового вещества, вызывающее едва уловимое ощущение вкуса. Чем ниже порог чувствительности, тем выше чувствительность оценщика.

Порог распознавания – это наименьшая интенсивность импульсов, воспринимаемых органами чувств, которые качественно можно определить.

Порог разницы – это минимальная, но заметно воспринимаемая разница интенсивности между двумя импульсами одного и того же вида.

Сенсорная память – это способность запоминания, распознавания разных импульсов и сенсорных впечатлений.

Сенсорный минимум – минимальная чувствительность и способность органов чувств воспринимать впечатления, что особенно важно при контроле качества продовольственных товаров.

При оценке консистенции в зависимости от технических требований, предъявляемых к качеству отдельных продуктов, определяют густоту, клейкость и твердость продукта (консистенция жидкая, сиропообразная, густая, плотная). При оценке консистенции учитывают также нежность, волокнистость, грубость, рассыпчатость, крошливость, однородность, наличие твердых частиц.

Для определения консистенции пищевых продуктов прилагают усилия – нажатием, надавливанием, прокалыванием, разрезанием, размазыванием с помощью столовых приборов.

При оценке вкуса определяют типичность вкуса для данного продукта, устанавливают наличие специфических нехарактерных вкусовых свойств и прочих посторонних привкусов.

Качественное определение вкуса связано не только с определением основных вкусовых ощущений: сладкого, кислого, соленого, горького и их гармоничного сочетания, но и с осязанием пищи, что характеризуется терпкостью вкуса, остротой, жгучестью, нежностью. Вкус многих продуктов определяется также обонятельными ощущениями.

Для характеристики в комплексе вкуса, запаха и осязания, определяемых количественно и качественно, применяют термин «вкусность пищевых продуктов».

При оценке качества пищевых продуктов применяют разные виды балльных систем. Например, при оценке качества масла, сыра применяют 100-балльные системы.

В настоящее время для оценки качества мяса и мясопродуктов используют пяти- и девятибалльные шкалы, согласно которым каждый показатель имеет соответственно 5 или 9 степеней качества. Ниже условленного балла продукт считается недоброкачественным.

По пятибалльной шкале 5 баллов означают отличное качества; 4 балла – хорошее; 3 – удовлетворительное; 2 – неудовлетворительное, но допустимое; 1 – неудовлетворительное.

Рекомендуемая ВНИИМПом десятибалльная шкала расширяет диапазон органолептической оценки качества. Согласно ей каждый показатель шкалы имеет следующие количественные характеристики: для оптимального качества – 9; очень хорошего – 8; хорошего – 7; выше среднего – 6; среднего – 5; приемлемого, но нежелательного – 4 или 3; неприемлемого – 2 или 1.

Самостоятельная работа бакалавров по подразд. 1.3 заключается в усвоении лекционного материала и работе с литературой [1, 2].

Контрольные вопросы

1. Дать описание терминов «разделение», «концентрирование» и «выделение». В чем состоит принципиальная разница этих операций?
2. Дать определение понятия «аналитический цикл».
3. Что такое лабораторный образец?
4. Дать определение органолептической оценки качества пищевых продуктов.
5. Перечислить и обосновать последовательность определения органолептических показателей.
6. Дать описание терминов «букет» и «аромат» пищевых продуктов. В чем состоит их различие?
7. Что такое сенсорный анализ?
8. Дать краткое описание основных терминов сенсорного анализа.
9. Дать характеристику балловых систем оценки качества пищевых продуктов. Привести примеры используемых балловых систем.

1.4. Инструментальные методы исследования реологических свойств пищевых продуктов

Основные понятия реологии – деформация, вязкость, упругость, прочность – применительно к пищевому сырью животного и растительного происхождения. Кривые кинетики деформации. Вискозиметрия. Способы определения вязкости пищевых объектов. Примеры определений. Виды вискозиметров и принципы их работы.

При изучении данного подраздела студентам рекомендуется повторить материал по изучавшимся ранее базовым дисциплинам, в частности классической механики и теории упругости.

При оценке качества пищевых продуктов большое значение уделяется их консистенции. Наряду с условными, субъективными методами оценки консистенции все чаще применяются структурно-механические, или реологические, методы.

Реология – сравнительно молодая наука, сформировавшаяся как самостоятельная часть физико-химической механики. Она изучает течение и деформации различных веществ и материалов, широко используя при этом многие положения механики и теории упругости.

Все реальные тела способны деформироваться под воздействием внешних сил, т. е. изменять свою форму и размеры.

Под *деформацией* понимают относительное смещение частиц тела, при котором не нарушается его непрерывность. Деформация называется *упругой*, если она исчезает после снятия нагрузки, и *остаточной*, если после снятия нагрузки она сохраняется. Величина и характер деформации обусловлены свойствами материала тела, его формой и способом приложения внешних сил.

При деформировании тела возникают внутренние силы взаимодействия его отдельных частичек. Меру интенсивности этих внутренних сил называют *напряжением.*

После прекращения воздействия на тело внешних сил напряжения частично или полностью рассасываются вследствие теплового движения молекул и других элементов структуры. Процесс убывания напряжений во времени называется *релаксацией.* Время релаксации – важная структурно-механическая характеристика тела.

К реологическим свойствам тела относятся вязкость, упругость, эластичность и прочность.

Вязкость, или внутреннее трение, – свойство газов, жидкостей и твердых тел, обусловливающее сопротивление относительному перемещению слоев (течению под действием внешних сил). Для твердых тел – это сопротивление развитию остаточных деформаций.

Упругость – способность тел сопротивляться изменению их объема и формы под действием внешних сил, т. е. способность тела восстанавливать свою форму после снятия нагрузки.

Эластичность – способность материала при незначительных усилиях испытывать более или менее значительные упругие обратимые деформации без разрушения его структуры. Различие эластичности и упругости состоит в том, что упругость проявляется мгновенно, а эластичность – во времени.

Прочность – способность тела сопротивляться разрушению.

Наряду с указанными терминами используют также понятия *пластичность* – свойство тел необратимо деформироваться под воздействием нагрузки и *ползучесть* – частный случай пластической деформации под действием постоянной нагрузки.

Все законы реологии разработаны для идеальных тел.

Известны три основные модели идеальных тел: идеально упругое тело; идеально пластичное тело; идеально вязкая, или ньютоновская, жидкость. Однако ни один из реальных пищевых материалов не может быть полностью уподоблен ни одному из указанных идеальных тел.

Чаще всего пищевые материалы соответствуют сложным моделям, представляющим собой комбинацию простых, т. е. являются или упругопластичными, или упруговязкими, или вязкопластичными телами. Причем в зависимости от условий (температуры, влажности, давления, способа и скорости приложения нагрузки) то одни, то другие свойства проявляются в большей или меньшей степени. Поэтому при изучении реологических свойств обязательно должны быть четко указаны условия испытаний, в противном случае полученные результаты будут несопоставимы.

Многие пищевые массы, помимо твердого и жидкого состояний, образуют структуры, которые по физическим свойствам занимают промежуточное положение. К ним относятся белковые и углеводные студни, суспензии разной концентрации (вплоть до паст), эмульсии и пены.

Наличие внутренней структуры придает таким системам определенные механические свойства – упругость, пластичность, вязкость, прочность, которые объективно характеризуют их консистенцию. Механические свойства зависят от природы входящих веществ и их соотношения, а также от сил взаимодействия между ними.

В соответствии с представлениями академика П.А. Ребиндера и его школы принято различать два основных типа дисперсных структур – коагуляционную и конденсационно-кристаллизационную.

Коагуляционные структуры удерживаются вандерваальсовыми силами, действующими через жидкие прослойки. Основными условиями их образования являются неоднородность поверхности соприкосновения частиц и наличие гидрофобных участков, на которых возникают точечные контакты – начальные звенья будущей структуры.

Конденсационно-кристаллизационные структуры образуются в процессе конденсации полимеров или кристаллизации из растворов и расплавов; их существование определяется прочными химическими связями, отдельные частицы срастаются, жидкие прослойки между ними отсутствуют. Системы с такой структурой обладают большей прочностью, хрупкостью и необратимостью при разрушении.

Коагуляционные структуры могут переходить в конденсационно-кристаллизационные в процессе обработки продукта, когда создаются условия для удаления жидких прослоек между частицами, например при сушке или прессовании. Так как механические свойства любой системы теснейшим образом связаны с ее структурой, их часто называют структурно-механическими.

При изучении структурно-механических свойств пищевых материалов исследуется развитие деформаций во времени. В основном изучают два вида деформации – *сжатие (растяжение) и сдвиг.* В первом случае напряжение действует перпендикулярно поверхности образца, во втором – по касательной (тангенциально).

Результаты исследования структурно-механических свойств обычно выражают графически в виде *кривых кинетики деформации*. Для области неразрешенных структур существуют два основных типа таких кривых.

Совокупность методов измерения вязкости жидкостей и газов называется *вискозиметрией.*

Согласно своему вязкостному поведению, жидкости делятся на ньютоновские (вода, растворители, растворы) – вязкость, пропорциональная концентрации, если частицы в растворе не взаимодействуют и неньютоновские (растворы полимеров, дисперсии, воски, гели). Обе группы могут быть далее подразделены. В связи с тем что значение вязкости зависит от температуры, измерение вязкости проводят в условиях термостатирования. При обычных измерениях поддерживают постоянную температуру с точностью ±0,1 °С. При увеличении температуры на 1 ° в области 20 °С значение вязкости уменьшается приблизительно на 2 %.

В зависимости от принципа измерения различают три типа вискозиметров: капиллярный вискозиметр (течение жидкости через капилляр); вискозиметр, основанный на измерении скорости падающего шарика (движение твердого тела в исследуемой среде); ротационный вискозиметр (вращение тела).

В настоящее время метод падающего шарика практически не применяется. Главным образом используют различные типы капиллярных и ротационных вискозиметров.

При измерении вязкости с помощью капиллярных вискозиметров определяют время истечения равных объектов раствора и растворителя. Наиболее широкое распространение получил *вискозиметр Оствальда.* Этот простой прибор состоит из вертикального капилляра длиной 10–20 см, диаметром 0,3–0,4 мм и градуированного шарообразного измерительного сосуда объемом 1 мм.

Самостоятельная работа бакалавров по подразд. 1.4 заключается в усвоении лекционного материала и работе с литературой [1, 3].

Контрольные вопросы

1. Дать характеристику понятия реологии как науки.
2. Перечислить основные понятия реологии.
3. Дать краткую характеристику коагуляционных структур.
4. Дать краткую характеристику конденсационно-кристаллизационных структур.
5. Что такое вискозиметрия?
6. В чем состоят особенности измерений деформации пищевых смесей?

7. В чем состоят особенности измерений вязкости пищевых смесей?

8. Дать краткое описание основных типов вискозиметров.

1.5. Физико-химические методы исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов

Определение массовой доли влаги, золы, белка, жира, титруемой кислотности в пищевом сырье и продуктах.

Оптические характеристики пищевых объектов. Теория и практика рефрактометрии. Примеры применения рефрактометрии для определения пищевой и биологической ценности животного и растительного сырья.

Виды люминесценции. Физические основы метода. Интенсивность и квантовый выход люминесценции. Применение люминесценции для оценки доброкачественности пищевого сырья. Идентификация и люминесцентный анализ пищевого сырья.

Классификация электрохимических методов анализа. Основы потенциометрических определений. Ионоселективные электроды. Определение некоторых ионов, макро- и микроэлементов с использованием ионометрии. pH-метрия. Правила приготовления исследуемых растворов. Буферные смеси. Примеры потенциометрических определений.

При изучении данного подраздела студентам рекомендуется повторить материал по изучавшимся ранее базовым дисциплинам, в частности физике и аналитической химии.

Вода является во многих продуктах количественно преобладающим компонентом. Она существенно влияет на качественные характеристики пищевого сырья и его устойчивость к воздействию микробиологических факторов.

Массовая доля воды в пищевом сырье зависит от особенностей химического состава, сроков и условий хранения.

Вода в биологических объектах присутствует в трех формах: в виде свободной, слабо связанной и прочно связанной. Свободная вода, сохраняя подвижность до температуры замерзания около 0 °С, служит растворителем многих веществ. Связанная вода прочно

соединена с коллоидными веществами, образуя их гидратную оболочку, и не является растворителем. Слабо связанная вода замерзает при температуре –3…–5 °С. В процессе хранения происходит изменение соотношения между свободной и связанной водой, что влияет на свойства пищевого сырья.

Существуют различные методы аналитического определения содержания воды. В наиболее распространенных методах воду удаляют из исследуемого объекта высушиванием, отгонкой и поглощением осушителями. В качестве осушителей чаще всего используют перхлорат магния, сульфат кальция, сульфат натрия, оксид фосфора и хлорид кальция.

В настоящее время для определения влажности используют также химические методы и методы, основанные на измерении некоторых физических свойств продукта, например диэлектрической проницаемости. Указанный принцип положен в основу одного из вариантов дистанционного измерения влажности продукта. Быстрым и универсальным способом определения воды в пищевых объектах является метод газожидкостной хроматографии метанольных экстрактов. Этот метод характеризуется высокой точностью и воспроизводимостью.

Метод высушивания – наиболее распространенный и универсальный способ определения воды. Содержание воды определяют по потере массы испытываемых образцов при их высушивании. Свободную влагу удаляют при температуре, близкой к температуре кипения воды. При воздействии повышенной температуры в образцах пищевых продуктов могут возникать побочные явления, связанные с развитием процессов дезаминирования и декарбоксилирования, образованием летучих соединений в результате термического разложения компонентов продукта, испарением летучих веществ и окислительными изменениями при контакте с кислородом воздуха. Увеличение массы исследуемых образцов за счет образования продуктов окисления липидов может быть особенно значительным при сушке жиров или биоматериалов с высокой массовой долей жира. Поэтому наиболее объективные результаты можно получить при высушивании образцов в условиях вакуума или в атмосфере инертных газов. Условия сушки необходимо подбирать с учетом особенности состава и свойств высушиваемого материала.

Точность результатов определения и продолжительность анализа зависят от температурного режима сушки и условий подготовки проб к высушиванию. Обычно высушивание проводят при температуре, не превышающей 105 °С, до достижения постоянной массы образцов. Ткани, содержащие нативные (неденатурированные) белки, следует сушить под вакуумом при температуре ниже температуры денатурации белков. При сушке жиров или продуктов с высоким содержанием жира температура не должна превышать 105 °С.

При сушке продуктов с невысокой массовой долей жира и высоким содержанием влаги температуру высушивания можно доводить до 150 °С, при этом продолжительность сушки не должна превышать 1 ч.

Для ускорения сушки рекомендуется уменьшить толщину высушиваемого слоя и увеличить пористость продукта, смешивая его с твердым инертным материалом, например песком. Песок, применяемый для этой цели, промывают водой, просеивают через сито с отверстиями 1–3 мм и настаивают с разбавленной соляной кислотой в течение суток. После обработки кислотой песок промывают водой до нейтральной реакции промывных вод на лакмус и высушивают при 150 °С. Скорость сушки можно увеличить, добавляя к материалу этанол.

В лабораторной практике высушивание под вакуумом проводят лишь в специальных случаях. Обычно продукты высушивают при атмосферном давлении. Для этого служат сушильные шкафы разных устройств. Наиболее удобны шкафы с электрическим обогревом и терморегулятором, позволяющим поддерживать определенную температуру.

Общее содержание *минеральных веществ* может быть определено озолением.

Зола представляет собой минеральную часть продукта, полученную после сжигания органических веществ. В состав минеральных веществ входят хлористые, карбонатные, фосфорные и сульфатные соли калия, натрия, аммония, магния, кальция. В небольших количествах содержится железо; в микродозах – медь, цинк, стронций, барий, бор, кремний, олово, молибден, кобальт, никель и другие химические элементы.

Содержание золы дает приближенное представление о количестве минеральных веществ в продукте, так как процесс озоления может сопровождаться изменением их состава. Например, в зависимости от условий озоления карбонаты могут частично или полностью превращаться в оксиды с выделением двуокиси углерода; ортофосфаты – в пирофосфаты; сульфиды – в сульфаты; нитриты и нитраты частично переходят в оксиды. Повышение температуры может сопровождаться потерями серы, фосфора, хлора. При озолении продуктов, содержащих относительно высокое количество хлоридов, могут наблюдаться потери железа, свинца, алюминия и меди благодаря образованию летучих хлоридов этих металлов.

В состав золы входят элементы, которые содержались в органических компонентах продукта до его минерализации. При определенных условиях минерализации проб может быть обеспечен сравнительно постоянный состав золы, что позволяет получить сопоставимые результаты. В настоящее время для определения содержания золы используют три метода: метод без предварительного высушивания навески; ускоренный метод; метод определения минеральных веществ, не растворимых в 10 %-м растворе соляной кислоты. Метод без предварительного высушивания навески применяют в том случае, если содержание влаги в продукте не превышает 20 %.

Большинство методов количественного определения *жира* основано на извлечении его органическими растворителями и последующем определении количества жира в экстракте. Для извлечения жира применяют растворители с низкой температурой кипения, удаление которых из жира не представляет затруднений. Чаще всего используют серный или петролейный эфир, хлороформ, дихлорэтан. Петролейный эфир имеет преимущество перед другими растворителями, поскольку извлекает меньше веществ, сопутствующих жирам. На экстрагирующую способность жира влияет наличие в нем посторонних примесей, в частности воды.

Полнота извлечения жира из пищевых объектов растворителями зависит от характера и степени взаимодействия липидов с другими компонентами продукта, содержания в нем влаги, структуры, соотношения растворителя и жирсодержащего материала, а также продолжительности экстрагирования. Более полно липиды извлекаются смесью бинарных растворителей с разными полярными

свойствами, например смесью хлороформа с метанолом и хлороформа с этанолом.

Вода, содержащаяся в тканях, препятствует диффузии жира из материала в растворитель. Поэтому прибегают к обезвоживанию материала перед экстракцией. Перед экстракцией измельченные пробы рекомендуется растирать с песком.

Наряду с высушиванием при повышенной температуре применяют способ, при котором пробы исследуемого материала растирают с нейтральными водоотнимающими веществами, например безводным сульфатом натрия, а также обезвоживание материала настаиванием или кипячением со спиртом. Чаще всего жир определяют методом Сокслета.

Методом Сокслета извлекают не только липиды, но и сопутствующие им вещества – фосфатиды, стерины, свободные жирные кислоты, красящие вещества, поэтому определяемый таким образом жир называют «сырым жиром». Полученный экстракт используют для количественного определения жира, кислотного и перекисного чисел.

Для экстракции липидов с последующим хроматографированием экстрактов применяют метод Фолча. Данный метод основан на экстракции липидов из тканей хлороформ-метаноловой смесью. Он позволяет выделить как полярные, так и неполярные липиды и полностью сохранить фракцию фосфолипидов. Полученный экстракт липидов используют для исследования фракционного состава липидов и их жирно-кислотного состава.

Обычно о *содержании белковых веществ* в пищевом сырье животного происхождения судят по количеству азота. При проведении производственного анализа содержание белковых веществ подсчитывают не по белковому, а по общему азоту, входящему в состав всех органических и неорганических веществ. Такое отклонение в точности определения содержания белков вполне допустимо.

Минерализацию (сжигание) производят нагреванием навески продукта с концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов (серно-кислой меди или пероксида водорода), а также веществ, повышающих температуру кипения смеси (сульфата натрия или калия).

Кислотность обусловливает вкусовые свойства продукта и является показателем его свежести и доброкачественности.

Титруемой кислотностью называют количество свободных органических кислот и их кислых солей, содержащихся в исследуемом продукте. Метод основан на нейтрализации раствором щелочи водных вытяжек кислот и кислых солей, извлеченных из навесок исследуемого продукта.

Обычно для титрования применяют 0,1 н. раствор едкого натрия, который удобно готовить из фиксанола; в этом случае его поправочный коэффициент равен единице. Окончание нейтрализации определяют по изменению окраски внесенного индикатора. В качестве индикатора наиболее часто применяют 1 %-й спиртовой раствор фенолфталеина, в этом случае титрование вытяжки ведут 0,1 н. раствором едкого натрия до устойчивого слабо-розового окрашивания.

При титровании окрашенных вытяжек кислот их разбавляют дистиллированной водой в два–три раза и титруют в присутствии фенолфталеина до изменения цвета вытяжки, что устанавливают сравнением с цветом такой же нетитрованной пробы (контроль). Титрование вытяжки и сравнение ее с контролем проводят на белом фоне (колбочки помещают на белый лист бумаги). Окрашенные вытяжки можно титровать щелочью в присутствии 0,1 %-го спиртового раствора тимолфталеина. Окончание титрования определяют по получению устойчивой синей окраски.

Титрование можно проводить потенциометрическим методом, обычно его применяют для титрования окрашенных растворов. В этом случае окончание нейтрализации определяют по изменению электропроводности исследуемого раствора с помощью потенциометра.

Кислотность выражается в различных единицах измерения.

Кислотность продуктов, содержащих разные кислоты и значительное количество кислых солей, выражают в *градусах.*

В процентах к преобладающей кислоте выражают кислотность плодово-ягодных соков (яблочная), маринадов (уксусная), квашеных овощей (молочная).

Кислотность муки, хлебобулочных и кондитерских изделий выражают в *градусах кислотности.* Под градусом кислотности понимают количество миллилитров нормальной едкой щелочи, необходимое для нейтрализации кислот, содержащихся в 100 г исследуемого продукта.

Кислотность молочных продуктов выражают в *градусах Тернера*, что означает количество миллилитров 0,1 н. раствора едкой щелочи, необходимого для нейтрализации кислот, находящихся в 100 миллилитрах или 100 граммах продукта.

Кислотность жиров выражают в миллиграммах едкого калия, необходимого для нейтрализации свободных жирных кислот, находящихся в 1 г исследуемого жира.

При прохождении светового луча через поверхность раздела двух сред он отклоняется от первоначального направления, т. е. преломляется. Величина угла отклонения зависит от концентрации и температуры вещества. Угол падения и угол преломления связаны соотношением, которое называется показателем преломления. Метод измерения показателя преломления называется *рефрактометрией.*

Если монохроматический луч проходит через поверхность раздела двух сред, то одна часть света отражается от поверхности раздела, а другая часть проходит через вторую среду, изменяя при этом скорость и направление. Эту часть монохроматического света называют «преломленным» светом. Отношение скоростей распространения света в обеих средах называют относительным показателем преломления. Преломление луча света описывается законом Снеллиуса.

В большинстве случаев при измерении показателей преломления в качестве стандартной среды используют вакуум. Отношение скорости света в вакууме к скорости света в данной среде называют абсолютным показателем преломления этой среды. В некоторых случаях абсолютным считают показатель преломления, рассчитанный по отношению к воздуху, что не является большой ошибкой, так как нет существенной разницы при распространении электромагнитной волны в воздухе и вакууме (в некоторых источниках эту величину называют относительным показателем преломления, отнесенным к воздуху). Показатель преломления среды по отношению к воздуху на 0,03 % меньше абсолютного показателя преломления по отношению к вакууму.

Значение показателя преломления практически не зависит от давления, однако в значительной степени зависит от температуры. Показатель преломления органических жидкостей уменьшается при увеличении температуры.

Показатели преломления измеряют при помощи *рефрактометров.* Стандартным рефрактометром является *прибор Аббе*. Основные элементы прибора: измерительная и освещающая призмы, элементы микроскопа, термостат и источник света.

Большинство лабораторных рефрактометров позволяют измерять показатели преломления в интервале температур от 0 до 80 ºС. Рефрактометры специального назначения работают в интервале температур от 0 до 200 ºС и находят широкое применение в промышленности.

Показатель преломления твердых объектов определяют в отраженном свете. В этом случае контрастность значительно хуже, чем при измерении в проходящем свете.

Для измерения показателя преломления прозрачных тел на поверхность измерительной призмы рефрактометра наносят каплю жидкости с большим показателем преломления, чем у измеряемого тела (монобромнафталин). Затем плотно прикладывают полированную плоскую поверхность измеряемого тела, причем освещающая призма остается открытой.

Показатель преломления сильноокрашенных жидкостей также определяют в отраженном свете, нанося вещество прямо на поверхность измерительной призмы. Если температура плавления вещества находится в диапазоне температур, регулируемых термостатом, то измеряют показатель преломления вещества в расплавленном состоянии.

Недостаток метода рефрактометрии – испарение жидкости с поверхности измерительной призмы.

Люминесцентные методы исследования состава и свойств пищевых продуктов основаны на измерении интенсивности свечения (люминесценции) атомов, ионов, молекул при их возбуждении различными видами энергии.

При люминесценции происходит испускание света возбужденными частицами. Переходя в более низкое энергетическое состояние, частица испускает квант света – люминесцирует.

Главным преимуществом люминесцентного метода является низкий предел обнаружения (10^{-8} % и менее), что практически важно при определении различных добавок и загрязнений в мясе и мясных продуктах. Этот метод хорошо зарекомендовал себя также при экспресс-определении доброкачественности мяса.

Люминесценция характеризуется длительностью возбужденного состояния, которая у различных веществ имеет определенную среднюю величину. Поглощенная энергия некоторое время остается в возбужденной частице. Это время – средняя длительность возбужденного состояния – определяется свойствами возбужденной частицы и действием на нее окружающей среды.

Источники возбуждения люминесценции могут быть разными. В зависимости от вида источника различают термолюминесценцию, редиолюминесценцию и др. Чаще всего источником возбуждения является свет оптического диапазона ультрафиолетовых и видимых частот, в этом случае явление называют фотолюминесценцией. В зависимости от вида возбужденного уровня и времени пребывания в нем фотолюминесценция подразделяется на флуоресценцию и фосфоресценцию.

Флуоресценция – кратковременное свечение (10^{-7}…10^{-10} с), которое продолжается только при облучении. Если источник возбуждения устранить, то свечение прекращается мгновенно или не более чем через 10^{-3} с.

Фосфоресценция – более длительное свечение (10^{-3}…10^{-2} с), которое продолжается после отключения источника электромагнитного излучения.

При исследовании пищевых продуктов основную роль играет флуоресценция.

Важной характеристикой люминесцирующих веществ является квантовый выход люминесценции, который показывает, насколько эффективно в исследуемом веществе энергия возбуждения преобразуется в люминесценцию.

Размер квантового выхода зависит от концентрации люминесцирующего вещества в растворе, температуры, присутствия посторонних примесей. Уменьшение квантового выхода под влиянием этих факторов получило название тушения люминесценции.

Одна из основных закономерностей люминесценции заключается в том, что спектр люминесценции (его форма и положение) не зависит от длины волны возбуждающего света.

Согласно правилу Стокса–Ломмеля, спектр излучения в целом и его максимум всегда сдвинуты по сравнению со спектром поглощения и его максимумом в сторону более длинных волн.

Правило Стокса–Ломмеля строго выполняется для большинства веществ, причем сдвиг спектров люминесценции относительно спектров поглощения дает возможность отфильтровать рассеянную часть возбуждающего света, примешивающегося к люминесценции.

Люминесцентный анализ сводится к визуальному наблюдению или регистрации с помощью приборов люминесценции. В зависимости от поставленных целей и задач исследования, способов возбуждения и регистрации люминесценции используются различные методы и приемы анализа.

Различают две группы люминесцентных методов – люминесцентные методы обнаружения и физико-химические люминесцентные методы.

Люминесцентные методы обнаружения в основном используются как качественные экспресс-тесты, так как они не требуют количественных измерений и связанных с ними усложнений. В этой группе методов выделяют: люминесцентный видовой и сортовой анализ – анализ, при котором по цвету и яркости свечения определяют вид и сорт продуктов; люминесцентную диагностику – обнаружение начальных признаков порчи продуктов, наличия примесей, загрязнений и т. д.

К группе физико-химических люминесцентных методов относят качественный люминесцентный анализ, с помощью которого устанавливают качественный состав исследуемого продукта, строение и свойства отдельных компонентов, а также количественный люминесцентный анализ, в задачи которого входит определение количественного содержания в продукте отдельных компонентов или соотношения составных частей продукта.

Визуальные наблюдения за цветом люминесценции используют для диагностики порчи и определения сорта мяса, обнаружения природы пищевых жиров, установления безвредности некоторых мясных продуктов.

Некоторые различия цвета люминесценции имеют растительные масла. Флуоресцентным методом можно обнаружить примесь минеральных масел в растительных.

Топленые животные жиры (говяжий, свиной, бараний) не флуоресцируют. Сливочное масло имеет канареечно-желтую флуоресценцию, а маргарин – голубую. Этот признак позволяет определить простым методом примесь маргарина в животных жирах.

Люминесцентный анализ позволяет также установить степень окисленности пищевых жиров.

Визуальным наблюдением за люминесценцией можно характеризовать степень свежести яичных продуктов. Например, свежие куриные яйца с белой скорлупой имеют интенсивную красную флуоресценцию, при хранении цвет флуоресценции становится голубым. В процессе хранения куриных яиц с темной скорлупой в люминесценции появляются голубовато-фиолетовые тона.

С помощью качественного люминесцентного анализа можно определить вид мяса и дать ориентировочную оценку его сортности. Мышечная ткань мяса животных обладает собственной флуоресценцией красновато-коричневых тонов, причем для мышц говядины характерны бархатистые темно-красные оттенки, для баранины – темно-коричневые, для свинины – светло-коричневые.

При порче мяса изменяется цвет его флуоресценции. На первой стадии порчи на темно-красном флуоресцирующем фоне мышечной ткани говядины появляются зеленые точки, которые расширяются по мере углубления порчи продукта. Несвежие мышцы флуоресцируют темно-красным цветом со сплошным зеленым налетом.

Фотоэлектрические измерения интенсивности люминесценции позволяют судить о степени свежести мяса. Сила тока, возникающего в цепи фотоэлемента, пропорциональна световому потоку люминесценции, падающему на фотоэлемент. Предварительная градуировка шкалы позволяет измерить интенсивность люминесценции без непосредственного сравнения опытного и контрольного образцов.

Количественный люминесцентный анализ позволяет определить концентрацию исследуемого вещества в растворе по интенсивности люминесценции. Техника количественного анализа основана на том, что при небольшом содержании флуоресцирующего вещества в растворе существует пропорциональная зависимость между яркостью свечения и концентрацией вещества в пробе. Наиболее удобно проводить сравнение по интенсивности люминесценции раствора неизвестной концентрации с эталонным раствором. По концентрации вещества в стандартных растворах рассчитывают содержание вещества в пробах.

Можно использовать также предварительно построенный калибровочный график, но этот метод менее надежен, так как на люминесценцию влияет множество факторов, поэтому при про-

ведении люминесцентного анализа очень важным условием является создание идентичных условий для исследуемого и стандартного образцов.

Флоурометрический анализ основан на выявлении зависимости между интенсивностью флуоресценции и концентрацией люминесцирующего вещества. Этот метод применяется в тех случаях, когда способностью к люминесценции обладает только определяемое вещество. В противном случае определению должны предшествовать операции по выделению и очистке определяемого вещества или маскированию примесей специальными реагентами.

В количественном люминесцентном анализе применяют люминесцентные фотометры, которые часто называют флуориметрами или флуорометрами.

Электрохимические методы основаны на изучении и использовании процессов, протекающих на поверхности электрода или в электродном пространстве. Любой электрический параметр (потенциал, сила тока, сопротивление и др.), функционально связанный с концентрацией анализируемого субстрата, может служить аналитическим сигналом.

В основе потенциометрических измерений лежит зависимость равновесного потенциала электрода от активности (концентрации) определяемого иона. Для измерений необходимо составить гальванический элемент из подходящего индикаторного электрода и электрода сравнения, а также иметь прибор для измерения потенциала индикаторного электрода в условиях, близких к термодинамическим, т. е. без отвода заметного тока от гальванического элемента при замыкании цепи.

Различают прямую и косвенную потенциометрию, или потенциометрическое титрование. В косвенных методах потенциал измеряют в целях нахождения конечной точки титрования определенного компонента подходящим титрантом.

В потенциометрическом методе измеряют разность потенциалов (напряжение) между *индикаторным электродом и электродом сравнения*, имеющим постоянный потенциал. Индикаторный электрод должен быстро и обратимо реагировать на изменение концентрации определяемого иона. Например, при потенциометрическом титровании ионов Ag^+ можно использовать серебряный электрод, а при титровании кислот и оснований – водородный.

Для измерения потенциала составляют ячейку из индикаторного полуэлемента, содержащего электрод сравнения, соединяют их электролитическим ключом и измеряют разность потенциалов между обоими электродами. В качестве электродов сравнения используют обычно *каломельный электрод* (E = 0,2241 В) или *хлоридсеребряный электрод* (E = 0,198 В) для насыщенного раствора KCl.

На практике обычно и индикаторный электрод, и электрод сравнения погружают в анализируемый раствор; иногда оба электрода размещают в одном корпусе. Электрод сравнения в этих случаях помещают в стеклянный цилиндр, заполненный раствором электролита, который отделен от анализируемого раствора при помощи диафрагмы.

В настоящее время получили распространение *ионоселективные* электроды, которые по принципу действия подобны стеклянному электроду. В них используются кристаллические или ионообменные мембраны, а также жидкие ионообменники. Они обеспечивают установление разности потенциалов между внутренним вспомогательным электродом и внешним раствором, которая обусловлена присутствием иона, находящегося в равновесии с мембраной.

Электроды с твердыми мембранами имеют мембрану из электропроводящего материала (монокристалла или прессованного порошка). Материал мембраны выбирают таким образом, чтобы она могла пропускать только ионы определенного размера. Это достигается в том случае, если катион и анион вещества, составляющего основу мембраны, сильно различаются по своим размерам.

Электроды с жидкими мембранами действуют по принципу стеклянного электрода. В состав мембраны входит органический полимерный ионообменник (твердый или жидкий) с функциональными группами типа $RCOO^-$ или $(RO)_2POO^-$, имеющими специфическое сродство к определяемого иону.

С помощью электродов с жидкими мембранами можно определять ионы K^+, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Cu^{2+}, NO_3^- и ClO_4^-. Для определения анионов используют ионообменные мембраны, содержащие хелатные комплексы металлов.

Активная кислотность (pH) – показатель концентрации свободных ионов водорода в растворе. Величина pH и ее изменение

при хранении и переработке пищевых продуктов характеризуют их качество, так как деятельность ферментов и бактерий связана с кислотностью среды.

pH определяют непосредственно в пищевых продуктах или водных вытяжках и экстрактах из измельченных пищевых продуктов, если показатель pH служит мерой контроля качества (например, при определении доброкачественности плодовых и овощных соков, свежести мяса).

Концентрацию водородных ионов можно определить потенциометрическим (арбитражным) методом и с помощью универсальных индикаторных бумажек (технический метод). Значение pH выражают как среднее арифметическое двух–трех определений. Точность измерений составляет ±0,05 единиц pH.

Бакалаврам следует обратить внимание на особенности физико-химических методов исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов питания различного происхождения, а также на особенности отбора проб и правила точного взвешивания пищевого сырья. Следует также изучить особенности рефрактометрии и микроскопии, ознакомиться со схемой устройства pH-метра.

Самостоятельная работа бакалавров по подразд. 1.5 заключается в усвоении лекционного материала и работе с литературой [1, 2, 4, 5].

Контрольные вопросы

1. Перечислить основные показатели, характеризующие химический состав пищевого сырья.
2. Дать описание метода определения содержания влаги в пищевом сырье и продуктах.
3. Дать описание принципов метода определения содержания жира в пищевом сырье и продуктах.
4. Дать описание метода определения содержания белка в пищевом сырье и продуктах.
5. Дать описание метода определения содержания золы в пищевом сырье и продуктах.
6. Дать описание метода определения содержания титруемой кислотности в пищевом сырье и продуктах.
7. Дать краткое описание принципов рефрактометрии.

8. Привести примеры применения рефрактометрии для анализа состава пищевых продуктов.

9. Теоретические основы люминесцентных методов. Основные понятия и характеристики люминесценции.

10. Перечислить методы люминесцентного анализа и привести примеры их применения для определения доброкачественности пищевого сырья.

11. Дать краткое описание принципов измерения активной кислотности (pH) пищевого сырья и продуктов.

12. Дать описание индикаторных электродов и электродов сравнения.

13. Устройство и принцип работы pH-метра.

1.6. Спектроскопия. Использование спектров для определения химического состава и безопасности сырья и готовой продукции

Спектроскопия. Теоретические основы. Использование спектров для оценки качества сырья и готовой продукции. Спектральные методы анализа как экспресс-методы определения химического состава. Волновые и квантовые характеристики электромагнитного излучения (ЭМИ). Атомно-эмиссионная и атомно-абсорбционная спектроскопия. Определение токсичных элементов методом атомной абсорбции в продуктах питания.

Введение в молекулярную спектроскопию. Окраска вещества. Абсорбционный анализ в видимой и ультрафиолетовых (УФ) областях спектра. Закон Ламберта–Бугера–Бера. Примеры фотометрических определений для установления химического состава и пищевой ценности мяса и мясных продуктов.

При изучении данного подраздела бакалаврам рекомендуется ознакомиться с классификацией спектральных методов анализа и их теоретическими основами.

В результате изучения материалов этого подраздела бакалавр должен знать природу происхождения спектров и их типы, а также принципы работы спектральных приборов.

Бакалавр должен иметь представление об основах качественного, полуколичественного и количественного спектрального анализа

и овладеть практическими навыками использования методов эталона и градуировочного графика для определения минерального состава, пищевой и биологической ценности пищевых продуктов.

Методы атомной и молекулярной спектроскопии, с помощью которых можно изучать структуру вещества, с большой точностью находить содержание макро- и микроэлементов, сахаров, белков, крахмала и других веществ, широко используются на практике.

Спектральные методы анализа основаны на взаимодействии электромагнитного излучения (квантов света) с веществом. Совокупность длин волн электромагнитного излучения (спектральных линий), относящихся к определенному атому (молекуле), называется спектром данного атома (молекулы). Спектральные методы позволяют регистрировать и исследовать соответствующие сигналы в различных областях спектра электромагнитного излучения.

Помимо длины волны спектральная линия имеет еще одну очень важную для спектрального анализа характеристику – интенсивность. Интенсивность спектральных линий зависит от вероятности электронных переходов и от заселенности уровней, начальных для этих переходов. Очевидно, что чем больше число возбужденных атомов (молекул), тем более интенсивна спектральная линия. Поглощение или испускание квантов анализируемой системой можно преобразовать в характеристический сигнал, дающий информацию о ее качественном и количественном составе. При этом частота (длина волны) излучения отражает качественный состав, а интенсивность аналитического сигнала пропорциональна количественному составу определяемого вещества.

В практике спектрального анализа измеряют не абсолютные, а релятивные величины интенсивности (относительно интенсивности спектральных линий веществ, выбранных в качестве стандартов).

В зависимости от характера взаимодействия излучения с веществом и способа его регистрации различают следующие методы анализа:

- *атомную спектроскопию* – анализ, основанный на регистрации спектров испускания предварительно возбужденных атомов (атомно-эмиссионная спектроскопия) и спектров поглощения атомов в основном состоянии (атомно-абсорбционная спектроскопия);

• *молекулярную абсорбционную спектроскопию* – анализ спектров поглощения электромагнитного излучения после прохождения его через раствор исследуемого вещества.

Спектральный анализ с высокой точностью характеризует состав вещества, отличается высокой избирательностью, универсальностью, чувствительностью. С его помощью можно исследовать практически любые вещества в различных агрегатных состояниях.

Атомная спектроскопия, широко применяемая при качественном и количественном анализе элементного состава пищевых продуктов, основана на поглощении или испускании рентгеновского, видимого или УФ-излучения. Во всех случаях характер образующихся спектров обусловлен квантовыми переходами внешних (валентных) или внутренних электронов атома из одного энергетического состояния в другое.

Наиболее отличительные свойства атомных спектров – их дискретность (линейчатая структура) и индивидуальный характер – делают такие спектры опознавательным признаком атомов данного элемента. Это используют в качественном анализе. Концентрацию анализируемого элемента определяют путем измерения интенсивности отдельных спектральных линий, называемых аналитическими. Методы атомной спектроскопии отличаются высокой избирательностью, чувствительностью, скоростью.

Для получения спектра эмиссии частицам анализируемого вещества необходимо сообщить дополнительную энергию. С этой целью пробу вносят в источник излучения, где она нагревается и испаряется.

Вследствие высокой температуры источника молекулы вещества диссоциируют на атомы, которые при столкновениях с электронами ионизируются и возбуждаются. В возбужденном состоянии атомы могут находиться около 10^{-8} с. Самопроизвольно возвращаясь в исходное (основное) состояние, они испускают избыточную энергию в виде квантов света. Переходы с различных возбужденных уровней на исходный приводят к появлению в спектре испускания серии спектральных линий, отвечающих этим переходам. Атомы излучают энергию с частотой, соответствующей разнице уровней, как следствие – появление спектральных линий.

Электронные переходы с вышележащих уровней на основной называют *резонансными*, причем резонансный переход с близле-

жащего возбужденного уровня соответствует, как правило, наиболее яркой линии в спектре.

Возможность тех или иных переходов определяется квантово-механическими правилами отбора. Количество разрешенных электронных переходов определяет число линий в спектре элемента и, следовательно, его сложность, что, в свою очередь, влияет на простоту выполнения качественного эмиссионного спектрального анализа.

Принцип метода *фотометрии пламени* заключается в следующем: исследуемый раствор распыляют с помощью сжатого воздуха в пламя горелки, где в результате сложных процессов образуются атомы или молекулы. Их излучение направляют в спектральный прибор, где излучение определяемого элемента выделяют с помощью светофильтров или других монохроматоров. Попадая на детектор, излучение вызывает фототок, который после усиления измеряют регистрирующим прибором.

Сущность методов атомно-абсорбционной спектроскопии заключается в измерении поглощения резонансного излучения невозбужденными атомами определяемого элемента, находящимися в газовой фазе, и определении функциональной зависимости поглощения от концентрации определяемого элемента в анализируемой пробе. При этом через анализируемое вещество, помещенное в высокотемпературное пламя, пропускают монохроматический свет. Энергию света подбирают таким образом, чтобы она точно соответствовала энергии электронного перехода.

Метод молекулярной абсорбционной спектроскопии основан на поглощении электромагнитного излучения молекулами анализируемого вещества. Молекулярные спектры поглощения в отличие от атомных состоят из более широких полос, так как они представляют собой сумму различных типов переходов молекулы из основного состояния в возбужденное. В спектрах поглощения заложена обширная и ценная информация о природе и состоянии молекулы в целом, поэтому молекулярная спектроскопия широко применяется для установления качественного (ИК-спектроскопия) и количественного (фотометрия) состава вещества.

Молекулярный абсорбционный анализ используют главным образом для определения компонентов, характеризующих пищевую и биологическую ценность мясных продуктов (белков, углеводов,

жиров, витаминов, кислот, минеральных веществ и др.), а также для оценки глубины процессов, протекающих при их производстве и хранении (гидролиза и окисления жиров, степени денатурации белков, окисления дубильных веществ и др.).

В зависимости от используемой области спектра излучения внешнего источника различают:

- УФ-спектроскопию – абсорбционный анализ в ультрафиолетовой области спектра (10–400 нм);
- спектроскопию в видимой области (400–780 нм);
- ИК-спектроскопию – абсорбционный анализ в инфракрасной области (от 0,8 до 100 мкм).

По характеру регистрируемого излучения, технике измерений и используемой аппаратуре в абсорбционном анализе выделяют следующие методы:

колориметрический, основанный на ослаблении (уменьшении) интенсивности излучения, прошедшего через исследуемый раствор. Интенсивность излучения определяется визуально по сравнению со стандартным раствором;

фотоколориметрический, основанный на поглощении прошедшего через светофильтр излучения и фотоэлектрической регистрации светового потока после прохождения через исследуемый раствор;

спектрофотометрический, отличающийся от фотоколориметрического тем, что через исследуемый раствор пропускается последовательно излучение каждого из участков спектра, т. е. монохроматическое излучение;

Самостоятельная работа бакалавров по подразд. 1.6 заключается в усвоении лекционного материала и работе с литературой [1, 2, 4 –7].

Контрольные вопросы

1. Привести примеры применения спектральных методов для анализа состава и свойств пищевых продуктов.

2. Дать описание метода атомно-эмиссионной спектроскопии. Привести примеры применения для анализа пищевых продуктов, указать точность метода.

3. Дать описание метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Привести примеры применения для анализа пищевых продуктов, указать точность метода.

4. Перечислить основные методы молекулярного абсорбционного анализа.

5. Закон Бугера–Ламберта–Бера и его применение для количественного анализа пищевых смесей.

6. Область применения закона Бугера–Ламберта–Бера для окрашенных объектов.

7. Выбор области для спектральных определений, подготовка проб к анализу.

2. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

Тема 2.1. Определение содержания β-каротина в плодах и овощах

Термин «каротиноиды» ввел в науку М.С. Цвет для желтых спутников хлорофилла, т. е. веществ, сопровождающих хлорофилл в пластидах.

Каротиноиды относятся к липохромам – пигментам, которые растворяются в жирах, окрашивая при этом растворы в желтый, оранжевый и красный цвета. Эти пигменты устойчивы к щелочам и чувствительны к действию кислот.

Каротиноиды подразделяются на две большие группы – бескислородные и окисленные. К первой группе относятся: α-, β- и γ-каротины, содержащиеся в корнеплодах моркови; ликопин, содержащийся в плодах помидоров, ягодах паслена и ландыша, цветках календулы; лепротин, выделенный из бактерий *Sarcina aurantiaca*. Ко второй группе относятся ксантофиллы: лютеин, или дигидроксикаротин, являющийся постоянным спутником каротина; криптоксантин – пигмент желтых зерен кукурузы, содержащийся в кожуре мандаринов, плодах дынного дерева и зародышах пшеницы; зеаксантин – желтый пигмент семян кукурузы; рубиксантин, содержащийся в плодах шиповника; капсорубин и капсантин – важнейшие пигменты стручкового перца.

Основными представителями каротиноидов у высших растений являются пигменты β-каротин (оранжевый) $C_{40}H_{56}$ и ксантофилл (желтый) $C_{40}H_{56}O_2$.

Каротин (от лат. *carota* – морковь) – основной каротиноид высших растений, один из наиболее изученных характерных представителей желтых пигментов – был открыт Ваккенродером в 1831 г. в моркови.

В чистом кристаллическом состоянии и в виде масляных препаратов в промышленных масштабах каротин получают из специальных сортов моркови, тыквы, плодов шиповника, зеленой хвои, водорослей и других растительных материалов. Химически чистый каротин – блестящие медно-красные кристаллы. Из-за большого количества двойных связей молекула каротина неустойчива: он не растворяется в воде, глицерине, но легко растворяется в хлороформе,

сероуглероде и бензоле, серном эфире, этиловом спирте, бензине и др.

Практическое использование каротинов основывается на биологической связи между каротинами и витамином А. Изомеры каротина обладают различной способностью образовывать в организме человека витамин А. Считается, что 1 мг β-каротина по эффективности соответствует 0,17 мг витамина А. β-каротин вдвое активнее, чем его α- и γ-изомеры. В животном организме β-каротин распадается с образованием двух молекул витамина А, а из α- и γ-каротина образуется по одной молекуле. Каротиноиды накапливаются в печени, именно там происходит расщепление молекул каротина под влиянием фермента каротиназы.

Потребность взрослого человека в витамине А составляет 1 мг/сут. При обычном питании она обеспечивается в одинаковой степени продуктами как животного, так и растительного происхождения (в первую очередь за счет β-каротина). Из продуктов животного происхождения больше всего витамина А (мг/100 г съедобной части) содержится в рыбьем жире – 19, говяжьей печени – 8, печени трески и свиной печени – 4; гораздо меньше его в сливочном масле – 0,4–0,5, яйцах – 0,4 и молоке – 0,025. Из растительных продуктов β-каротина (мг / 100 г съедобной части) больше всего в красной моркови – 9; ягодах рябины – 9 и морошки – 7,9; зелени петрушки – 5,7 и сельдерея – 4,5; зеленом луке и красном перце – 2; абрикосах – 1,6; тыкве – 1,5; томатах – 1.

В моркови β-каротин составляет около 85 % от общего количества каротина, причем особенно много его в Нантской 35 (88,5 %) и Шантене 27 (87,6 %), т. е. в сортах с сильно окрашенными в оранжево-красный цвет мякотью и сердцевиной.

Усвоение организмом человека каротина из овощей достигает 50 %, при этом оно увеличивается при добавлении к пище жиров, токоферола.

Установлено, что при хранении моркови при температуре 4 °С в течение первых 2,5 месяцев может наблюдаться увеличение содержания β-каротина. При дальнейшем хранении содержание его снижается.

Так как каротин содержится в основном в мякоти овощей и плодов, то соки из каротинсодержащего сырья, как правило, не осветляют; выпускают соки с мякотью, обладающие высокой

питательной и физиологической ценностью. Например, ввиду высокого содержания каротина из моркови получают только соки с мякотью – натуральный или с сахаром.

Среди овощных соков доминирующее положение занимают томатный, морковный, тыквенный. Из плодов вырабатывают соки с мякотью натуральные и с добавлением сахарного сиропа (нектары): персиковый, абрикосовый, айвовый. Технический уровень производства соков с мякотью в большинстве стран высок. Также в промышленности вырабатывают значительный ассортимент овощных и фруктовых консервов, богатых каротином, для детского, диетического и лечебного питания.

В широком ассортименте выпускается сушеная овощная продукция: овощи (морковь, пряная зелень, зеленый горошек и др.); фрукты (абрикосы, вишня, черешня, виноград, ягоды); овощные и фруктовые порошки (морковный, тыквенный, томатный и др.).

При тепловой обработке плодов и овощей содержание витамина А снижается за счет изомеризации и превращения части витамина А в менее активные формы: на 15–20 % в зеленых овощах, которые содержат главным образом β-каротин; на 30–35 % – в овощах с желтым цветом, содержащих преимущественно α-каротин. Увеличение продолжительности нагрева увеличивает потери.

Сушка овощей с помощью воздуха вызывает значительные потери каротина, начиная с почти полного их разрушения в сушилках старого типа, в которых применяется горячий воздух при атмосферном давлении, до 10–20 % в вакуум-сушилках. Так, морковь теряет 40–50 % β-каротина при сушке с помощью воздуха, 20 % при сушке под вакуумом и 7 % при сушке под вакуумом с введением в сушилку азота, когда сушка заканчивается и вакуум нарушается.

Бланширование и замораживание почти не влияют на величину А-витаминной активности.

При переработке моркови образуются отходы с достаточно высоким содержанием каротина; например, при производстве сока на долю отходов приходится 40 %, а при выработке пюре – 20–22 %, из которых получают белково-каротиноидный препарат, содержащий 0,83 % каротина. Белково-каротиноидный препарат используют при производстве комбикормов.

Из растительного сырья, богатого каротином, получают желтый краситель для окраски конфет, плодовых соков, напитков, масла,

сыра, мороженого и др. Каротин используют в виде антиоксиданта, улучшающего хранение пищевых жиров. В животноводстве в рацион питания входит витаминная мука из люцерны и хвои, содержащая каротин.

Лабораторная работа № 1

***Цель работы*:** определить содержание β-каротина в плодах и овощах.

Методические указания по выполнению лабораторной работы № 1

Метод основан на извлечении β-каротина из растительных объектов гексаном и оптическом определении β-каротина в гексановом экстракте.

Лабораторная работа проводится фронтальным методом тремя группами бакалавров по два–четыре человека.

1. Приготовление лабораторных проб.

Корнеплоды моркови (три штуки) вымыть, обсушить фильтровальной бумагой, очистить от кожицы, разрезать вдоль. Половинку каждого корнеплода растереть на терке, тщательно перемешать.

Мякоть тыквы вымыть, высушить фильтровальной бумагой, очистить от кожуры и натереть на терке, тщательно перемешать.

Плоды рябины и (или) шиповника вымыть, высушить фильтровальной бумагой, растереть в фарфоровой ступке до получения кашицеобразной массы, тщательно перемешать.

2. В три стеклянных стаканчика на 50 мл взять навески исследуемого растительного сырья по 3 г (с точностью до 0,01 г).

3. Перенести навески в фарфоровые ступки и растирать с небольшим количеством песка в течение 3–5 мин; добавить немного Na_2CO_3, затем добавить Na_2SO_4 и растирать все не более 15 мин до достижения порошкообразной консистенции.

4. Поместить ступки с растертыми навесками в темное место на 30 мин.

5. В воронку Бюхнера поместить бумажный фильтр и закрепить ее в колбе Бунзена. Перенести на фильтр обезвоженную массу из ступки. Ополоснуть ступку небольшим количеством гексана и вылить на фильтр.

Чистым гексаном залить растительную массу таким образом, чтобы она была полностью покрыта растворителем.

6. Отделить экстракт с помощью вакуума, добавляя небольшие порции гексана до его полного обесцвечивания (общий объем растворителя не должен превышать 100 мл).

7. Перенести экстракт в мерную колбу на 100 мл, довести объем экстракта до метки гексаном.

8. Измерить оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны $\lambda = 440$ нм, используя кювету толщиной 10 мм. В качестве стандартного раствора используют гексан.

Рассчитать содержание β-каротина в продукте по формуле

$$X = \frac{0{,}626\,VD}{m}\,100,$$

где X – содержание β-каротина в продукте, мг/100 г; 0,626 – коэффициент пересчета; V – объем экстракта (100 мл); D – оптическая плотность экстракта, отн. ед.; m – навеска продукта, мг.

Методические указания по оформлению отчета к лабораторной работе № 1

Результаты исследования содержания β-каротина в растительных объектах заносят в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Экспериментальные данные определения содержания β-каротина в продукте

Исследуемое сырье	№ пробы	Объем раствора, мл	D, отн. ед.	X_i	$\overline{X}$	$\overline{X} \pm \Delta\overline{X}$
				мг/100 г		
Морковь	1					
	2					
	3					
Тыква	1					
	2					
	3					

Окончание табл. 2.1

Исследуемое сырье	№ пробы	Объем раствора, мл	*D*, отн. ед.	X_i	$\overline{X}$	$\overline{X} \pm \Delta \overline{X}$
				мг/100 г		
Плоды рябины или шиповника	1					
	2					
	3					

Отчет должен содержать: цель работы, краткое описание методики эксперимента, табл. 2.1, необходимые расчеты по приведенной формуле, расчет погрешности определения содержания β-каротина, анализ данных и выводы.

Титульный лист отчета и алгоритм математической обработки экспериментальных результатов приведены в прил. 1 и 2.

Литература: [8, 9].

Тема 2.2. Определение содержания красящих веществ в столовой свекле

Яркий цвет мякоти сортов столовой свеклы обусловлен наличием красящих веществ. Красящими веществами столовой свеклы являются красно-фиолетовые пигменты – бетацианины и желтые – бетаксантины.

Бетацианины – азотсодержащие, гетероциклические соединения, состоящие из восстановленных индольного и пиридинового колец. По своей химической природе и свойствам бетаксантины близки к бетацианинам и также представляют собой азотсодержащие гетероциклические соединения, в состав молекул которых входят восстановленные кольца пиррола и пиридина. Структура этих соединений установлена сравнительно недавно.

Корнеплоды столовой свеклы содержат смесь пигментов, из которых основным красно-фиолетовым пигментом является бетанин; кроме бетанина в небольшом количестве содержатся изобетанин и пребетанин. Эмпирическая формула бетанина установлена H. Wyler в виде $C_{25}H_{28\text{-}30}O_{13}N_2$. Бетанин представляет собой гликозид: агликоном его является бетанидин, сахарной частью – глюкоза.

Спектральный анализ показал, что бетанин и его производные имеют максимум поглощения при длине волны λ = 530...536 нм, бетаксантин – λ = 480 нм.

Содержание красящих веществ в корнеплодах столовой свеклы зависит прежде всего от сортовых особенностей, а также от зрелости корнеплодов, их размеров, условий и длительности хранения.

По мере роста корнеплодов общее содержание красящих веществ в пересчете на средний вес одного корнеплода равномерно возрастает, качественный состав пигментов не изменяется. Наблюдается увеличение содержания всех исходных пигментов, но несколько замедленное для бетанина по сравнению с бетаксантином. Содержание пигментов выше в корнеплодах, которые растут медленнее. Чем крупнее корнеплод, тем меньше в нем процентное содержание красящих веществ. Содержание красящих веществ в мелких и стандартных корнеплодах столовой свеклы сорта Бордо 237 приведено в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Содержание красящих веществ в корнеплодах столовой свеклы сорта Бордо 237

Размер корнеплода, см	Средняя масса корнеплода, кг	Содержание красящих веществ, г/кг сырой массы	
		Бетаксантин	Бетанин
5–14 (стандарт)	0,22	7,2	9,1
Менее 5 (мелкий)	0,07	5,6	10,2

При длительном хранении корнеплодов содержание красящих веществ значительно уменьшается. Наряду с одновременным уменьшением содержания исходных пигментов наблюдается образование к концу хранения в незначительном количестве нового оранжево-желтого пигмента с максимумом поглощения 480 нм, что свидетельствует об усилении процессов разложения красящих веществ.

Исследование влияния температуры, pH среды, света, кислорода воздуха и других факторов на красящие вещества свекольного сока показали, что под действием повышенной температуры происходит разрушение красящих веществ.

Интенсивность окраски свежего свекольного сока, выдержанного в течение 1 ч при температуре 50 °С, уменьшается на 41 %, при 60 °С – на 48 %, а при 70 °С – на 69 % по сравнению с исходной интенсивностью окраски сока.

В кислой среде сок сохраняет окраску длительное время, по мере роста величины pH красный цвет бледнеет, а при pH более 10,5 сок становится желтым.

Аэрация свежего свекольного сока приводит к разрушению красящих веществ и снижению интенсивности окраски на 20 %. Свет также оказывает разрушающее воздействие на красящие вещества свекольного сока.

Корнеплоды столовой свеклы используются для изготовления гарнирной свеклы, свекольного сока с сахаром без мякоти и с мякотью, различных консервов для диетического питания, при производстве которых к свекле добавляют лимонную кислоту в целях снижения pH и стабилизации красящих пигментов, а также сахар для улучшения вкуса.

Отходы и потери при выработке свекольного сока с добавлением сахара без мякоти составляют 48 %, а с мякотью – 30 %. Для утилизации отходов разработана технология получения натуральных пищевых красителей.

Лабораторная работа № 2

***Цель работы*:** установить влияние размера корнеплодов столовой свеклы и различных видов обработки на содержание красящих веществ (бетанина и бетаксантина).

Методические указания по выполнению лабораторной работы № 2

Метод основан на экстракции красящих веществ свеклы в кислой среде, измерении оптической плотности полученных экстрактов и сравнении полученных значений с оптической плотностью стандартного раствора, в качестве которого используют 1 %-й водный раствор сернокислого кобальта.

Лабораторная работа проводится фронтальным методом четырьмя группами бакалавров по два–четыре человека. Задания для групп различаются размером свежих корнеплодов и видами обработки.

1. Приготовление лабораторных проб.

Крупные и мелкие корнеплоды свеклы (три штуки) разного размера вымыть, обсушить фильтровальной бумагой, очистить от кожицы, разрезать вдоль. Половинку каждого корнеплода натереть на терке, тщательно перемешать.

Корнеплоды свеклы (три штуки) вымыть, отбланшировать в течение 20 мин в кипящей воде, охладить, обсушить фильтровальной бумагой, очистить от кожицы, разрезать вдоль. Половинку каждого корнеплода натереть на терке, тщательно перемешать.

2. В три стеклянных стаканчика на 50 мл взять навески исследуемых образцов свеклы по 1 г с точностью до 0,001 г.

3. Перенести навески в мерные колбы на 250 мл. Стаканчики ополоснуть небольшим количеством дистиллированной воды и перенести в мерные колбы. Далее в каждую колбу прилить по 10 мл концентрированной соляной кислоты, довести объем содержимого до метки дистиллированной водой. Содержимое колб тщательно перемешать.

4. Отфильтровать полученные экстракты с помощью бумажных фильтров. Полученные экстракты используют далее для определения концентрации красящих веществ.

5. Определить оптическую плотность стандартного раствора сульфата кобальта и полученных экстрактов, используя кювету толщиной 10 мм, на спектрофотометре при длинах волн λ 480 нм (для бетаксантина) и 535 нм (для бетанина).

6. Рассчитать концентрацию бетанина и бетаксантина по формуле

$$X = \frac{0{,}022\, D_1}{4 m D_2}\ 100,$$

где X – содержание бетанина (бетаксантина), г/100 г; 0,022 – масса красящих веществ, которые по окраске соответствуют 1 дм^3 стандартного раствора, г; D_1 – оптическая плотность исследуемого раствора, отн. ед.; D_2 – оптическая плотность стандартного раствора, отн. ед.; m – масса навески, взятой для эксперимента, г.

Методические указания по оформлению отчета к лабораторной работе № 2

Результаты исследования содержания красящих веществ в корнеплодах столовой свеклы заносятся в табл. 2.3 и 2.4.

Отчет должен содержать: цель работы, краткое описание методики эксперимента, табл. 2.3 и 2.4, необходимые расчеты по приведенной формуле, расчет погрешности определения содержания красящих веществ, анализ данных и выводы.

Титульный лист отчета и алгоритм математической обработки экспериментальных результатов приведены в прил. 1 и 2.

Литература: [9, 10].

Таблица 2.3

Экспериментальные данные определения содержания бетаксантина в корнеплодах свеклы

Образец	№ пробы	D_1, D_2, отн. ед.	X_i	$\overline{X}$	$\overline{X} \pm \Delta \overline{X}$
			г/кг		
Крупные корнеплоды	$CoSO_4$				
	1				
	2				
	3				
Мелкие корнеплоды	$CoSO_4$				
	1				
	2				
	3				
Бланшированные корнеплоды	$CoSO_4$				
	1				
	2				
	3				

Таблица 2.4

Экспериментальные данные определения содержания бетанина в корнеплодах свеклы

Образец	№ пробы	D_1, D_2, отн. ед.	X_i	$\overline{X}$	$\overline{X} \pm \Delta \overline{X}$
			г/кг		
Крупные корнеплоды	$CoSO_4$				
	1				
	2				
	3				
Мелкие корнеплоды	$CoSO_4$				
	1				
	2				
	3				
Бланшированные корнеплоды	$CoSO_4$				
	1				
	2				
	3				

Тема 2.3. Комплексное определение степени свежести мяса

Попадание микроорганизмов в мясо возможно на всех стадиях технологической переработки, начиная с момента убоя. Обсемененность мяса и других продуктов убоя происходит в период обескровливания, на стадиях съемки шкур, извлечения внутренних органов и зачистки.

В практике заключение о степени свежести говядины, свинины или баранины основывается на результатах определения органолептических показателей и данных химических и микробиологических исследований.

По стандарту свежесть мяса оценивают по 25-балльной системе с учетом результатов органолептической оценки, химического и бактериологического исследований.

Мясо	*Баллы*
Свежее ……	21–25
Сомнительной свежести ……..	10–20
Несвежее …….....	0–9

Максимальное количество баллов распределяют по отдельным показателям следующим образом:

Органолептическая оценка ……...	13
Количество летучих жирных кислот ……...	4
Реакция с сульфатом меди в бульоне ……..	4
Количество аминоаммиачного азота ……...	2
Бактериоскопия …….	2
Итого …….	25

В зависимости от результатов исследования каждый из показателей оценивают в пределах установленного для него количества баллов с учетом скидки.

Органолептические показатели, характеризующие свежесть мяса при органолептической оценке, приведены в табл. 2.5.

В результате дезаминирования аминокислот при гниении мяса в нем накапливаются летучие жирные кислоты. Установлено, что на ранних стадиях гнилостного разложения белков мяса в наибольшем количестве образуется уксусная кислота, а затем масляная; на более поздних стадиях появляются муравьиная и пропионовая кислоты. Таким образом, общее количество этих кислот может служить одним из показателей свежести мяса.

Таблица 2.5

Органолептические показатели свежести мяса убойных животных

Показатель	Характеристика мяса		
	Свежее	Сомнительной свежести	Несвежее
Внешний вид и цвет поверхности	Имеет корочку подсыхания бледно-розового или бледно-красного цвета, у размороженных туш – красного цвета; жир мягкий, частично окрашен в ярко-красный цвет	Местами увлажнена, слегка липкая, потемневшая	Сильно подсохшая, покрытая слизью серовато-коричневого цвета или плесенью

Продолжение табл. 2.5

Показатель	Характеристика мяса		
	Свежее	Сомнительной свежести	Несвежее
Мышцы на разрезе	Слегка влажные, не оставляют влажного пятна на фильтровальной бумаге; цвет, свойственный данному виду мяса: для говядины – от светло-красного до темно-красного; для свинины – от светло-розового до красного; для баранины – от красного до красно-вишневого	Влажные, оставляют влажное пятно на фильтровальной бумаге, слегка липкие, темно-красного цвета; с поверхности разреза размороженного мяса стекает слегка мутноватый мясной сок	Влажные, оставляют влажное пятно на фильтровальной бумаге, липкие, красно-коричневого цвета; с поверхности разреза размороженного мяса стекает мутный мясной сок
Консистенция	На разрезе мясо плотное, упругое; образующаяся при надавливании пальцем ямка быстро выравнивается	На разрезе мясо менее плотное и менее упругое; образующаяся при надавливании пальцем ямка выравнивается медленно (в течение 1 мин); жир мягкий; у размороженного мяса слегка разрыхлен	На разрезе мясо дряблое; образующаяся при надавливании пальцем ямка не выравнивается; жир мягкий; у размороженного мяса рыхлый, осалившийся
Запах	Специфический, свойственный каждому виду свежего мяса	Слегка кисловатый или с оттенком затхлости	Кислый, или затхлый, или слабогнилостный

Окончание табл. 2.5

Показатель	Характеристика мяса		
	Свежее	Сомнительной свежести	Несвежее
Состояние сухожилий	Упругие, плотные; поверхность суставов гладкая, блестящая; у размороженного мяса мягкие, рыхлые, окрашены в ярко-красный цвет	Менее плотные, матово-белого цвета; суставные поверхности слегка покрыты слизью	Размягчены, сероватого цвета, суставные поверхности покрыты слизью
Состояние жира	Говяжий жир имеет белый, желтоватый или желтый цвет, консистенция твердая, при раздавливании крошится; свиной жир имеет белый или бледно-розовый цвет, мягкий, эластичный; бараний жир имеет белый цвет, консистенция плотная; жир не должен иметь запаха осаливания или прогоркания	Имеет серовато-матовый оттенок, слегка липнет к пальцам, может иметь легкий запах осаливания	Имеет серовато-матовый оттенок, при раздавливании мажется; свиной жир может быть покрыт небольшим количеством плесени; запах прогорклый

Содержание летучих жирных кислот выражают в миллилитрах 0,2 н. раствора NaOH, пошедшего на титрование 200 мл отгона из 25 г мяса.

Присутствие в бульоне продуктов распада белков мяса устанавливают качественной реакцией с сернокислой медью.

В бульоне, полученном из свежего мяса, при добавлении 5 %-го раствора сульфата меди не наблюдается никаких изменений или

образуется лишь слабая муть. В бульоне из несвежего мяса появляются хлопья или студенистый осадок голубоватого либо зеленоватого цвета. Появление в бульоне хлопьев обусловлено взаимодействием между медью и первичными продуктами распада белков; образование окрашенного осадка – взаимодействием с продуктами более глубокого распада белков.

Ход определения. 20 г мясного фарша помещают в коническую колбу на 150–200 мл и заливают 60 мл дистиллированной воды. Содержимое колбы тщательно перемешивают, колбу закрывают часовым стеклом и ставят в кипящую водяную баню на 10 мин. Полученный горячий бульон фильтруют через плотный слой ваты (толщиной не менее 0,5 см) в пробирку, помещенную в стакан с холодной водой. Если после фильтрации в бульоне остаются хлопья, то его дополнительно фильтруют через фильтровальную бумагу.

В другую пробирку наливают 2 мл бульона и добавляют к нему три капли 5 %-го раствора сернокислой меди. Пробирку встряхивают два–три раза и через 5 мин отмечают результат реакции, по которому производят скидку баллов.

Результат реакции	*Скидка в баллах*
Бульон прозрачный или слегка мутный ……	0
Наличие в бульоне хлопьев ……	3
Выпадение студенистого осадка голубоватого или зеленоватого цвета ……...	4

Процесс гнилостного распада белков сопровождается сначала разрушением пептидных связей белковых молекул. В результате этого увеличивается количество свободных карбоксильных и аминных групп. Одновременно происходит дезаминирование аминокислот, сопровождающееся накоплением аммиака в виде его соединений. Соответственно в мясе возрастает количество азота аминогрупп и аммиака (аминоаммиачного азота), которое может служить одним из показателей глубины гнилостного разложения белков мяса.

Метод определения аминоаммиачного азота основан на связывании аминогрупп и аммиака формальдегидом и титровании щелочью карбоксильных групп и кислых валентностей, количество которых эквивалентно азоту аминогрупп и азоту аммиака. Химизм этих реакций представлен ниже.

1. Гидролитический распад белков:

$$R_1 - CO - NH - R_2 + H_2O \longrightarrow R_1 - COOH + R_2 - NH_2$$

2. Связывание аминогрупп формальдегидом с образованием метиленовых соединений, представляющих собой кислоты:

$$\begin{array}{l} R - CHCOOH + CH_2O \longrightarrow R - CHCOOH + H_2O \\ \quad\quad | \quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad | \\ \quad NH_2 \quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad NH = CH_2 \end{array}$$

3. Эти кислоты являются более сильными, чем свободные аминокислоты, и могут быть оттитрованы щелочью. Реакция титрования протекает по следующему уравнению:

$$\begin{array}{l} R - CHCOOH + NaOH \longrightarrow R - CHCOONa + H_2O \\ \quad\quad | \quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad | \\ \quad NH = CH_2O \quad\quad\quad\quad\quad\quad\quad NH - CH_2O \end{array}$$

По количеству щелочи, израсходованной на титрование, можно рассчитать содержание азота аминных групп.

При титровании щелочью в присутствии формальдегида последним блокируется аммиак, вытесняемый щелочью из аммиачных соединений, а освободившиеся при этом кислотные остатки оттитровываются щелочью. Эта часть щелочи соответствует количеству аммиачного азота.

Важный показатель качества мяса с позиций технологии его переработки и хранения – величина pH. От концентрации ионов водорода в мышечной ткани зависит водосвязывающая способность мяса, влияющая на выход продукта, потерю массы при хранении, а также устойчивость продукта в отношении развития гнилостной микрофлоры.

Наряду с другими показателями величину pH используют для выяснения целесообразных направлений переработки мяса. К определению pH прибегают при классификации мяса по группам качества – PSE, DFD, NOR, измеряя этот показатель у парных туш (через 1 ч после убоя) и охлажденных в течение 24 ч. Этот показатель определяют колориметрическим или потенциометрическим методом.

Лабораторная работа № 3

***Цель работы*:** освоить лабораторные методы контроля свежести мяса убойных животных.

Приобрести практические навыки составления протоколов осмотра лабораторных испытаний опытных образцов мясного сырья различной степени свежести.

Методические указания по выполнению лабораторной работы № 3

Лабораторная работа проводится фронтальным методом тремя группами бакалавров по два–четыре человека. Задания для групп различаются видом мяса убойных животных (говядина, свинина, баранина) и степенью его свежести.

Вначале бакалавры проводят органолептическую оценку мяса в соответствии с показателями табл. 2.5.

Определение количества летучих жирных кислот (ЛЖК). Каждая группа бакалавров измельчает образцы мяса на мясорубке и отвешивает на весах 25 г мясного фарша, после чего помещает навески в круглодонные колбы вместимостью 0,75–1,0 л, куда приливает 150 мл 2 %-го раствора серной кислоты.

Содержимое колб перемешивают и закрывают пробками с двумя отверстиями. В одно из них вставляется доходящая почти до дна изогнутая под прямым углом стеклянная трубка для соединения колбы с парообразователем, а в другое – трубка с каплеуловителем, соединяющая колбу с холодильником.

Под холодильник подставляют коническую колбу вместимостью 300 мл, на которой отмечен объем 200 мл.

После того как установка собрана, воду в парообразователе доводят до кипения и отгоняют летучие жирные кислоты продукта паром до тех пор, пока не соберется 200 мл дистиллята. Во время перегонки круглодонную колбу тоже подогревают. Полученный дистиллят оттитровывают 0,1 н. раствором NaOH с фенолфталеином в качестве индикатора.

Параллельно каждая группа бакалавров выполняет контрольный опыт без мяса в тех же самых условиях (он необходим для опре-

деления летучих кислот, которые могут содержаться в серной кислоте).

Количество ЛЖК в мясе определяют по формуле

$$\omega_{\text{ЛЖК}} = \frac{V_1 - V_2}{2} K,$$

где V_1 – количество 0,1 н. раствора щелочи, израсходованное на титрование 200 мл отгона, мл; V_2 – количество щелочи, израсходованное на титрование 200 мл отгона в контрольной пробе, мл; K – поправка на титр 0,1 н. раствора щелочи.

По содержанию ЛЖК в мясе производят скидку баллов.

Содержание ЛЖК, мл раствора NaOH	*Скидка в баллах*
До 0,35 (свежее мясо) ……..	0
0,36–0,50 (свежее мясо) ……..	1
0,51–0,651 (мясо сомнительной свежести) ……	2
0,65–1,0 (мясо сомнительной свежести) ……	3
Свыше 1,0 (несвежее мясо) ……	4

Реакция с сульфатом меди в бульоне. 20 г мясного фарша помещают в коническую колбу на 150–200 мл и заливают 60 мл дистиллированной воды. Содержимое колбы тщательно перемешивают, колбу закрывают часовым стеклом и ставят в кипящую водяную баню на 10 мин. Полученный горячий бульон фильтруют через плотный слой ваты (толщиной не менее 0,5 см) в пробирку, помещенную в стакан с холодной водой. Если после фильтрации в бульоне остаются хлопья, то его дополнительно фильтруют через фильтровальную бумагу.

В другую пробирку наливают 2 мл бульона и добавляют к нему три капли 5 %-го раствора сернокислой меди. Пробирку встряхивают два–три раза и через 5 мин отмечают результат реакции, по которому производят скидку баллов.

Результат реакции	*Скидка в баллах*
Бульон прозрачный или слегка мутный ……	0
Наличие в бульоне хлопьев ……	3
Выпадение студенистого осадка голубоватого или зеленоватого цвета ……...	4

Определение в мясе содержания аминоаммиачного азота. 25 г мясного фарша растирают в ступке с небольшим количеством дистиллированной воды (30–40 мл). Мясную кашицу переносят в колбу объемом 100 мл. Остатки на ступке тщательно смывают таким количеством воды, чтобы общий объем смеси не превышал 100 мл, отмеченных карандашом на колбе. Колбу закрывают резиновой пробкой. Содержимое взбалтывают в течение 3 мин, отстаивают и опять взбалтывают 2 мин, а затем фильтруют через три слоя марли.

40 мл мясной вытяжки переносят в мерную колбу объемом 100 мл. Для осаждения белков к вытяжке добавляют последовательно 10 %-й раствор алюмоаммиачных квасцов и насыщенный раствор едкого бария, общий объем которых должен быть примерно равным или немного больше объема мясной вытяжки.

Соотношение объемов растворов квасцов и едкого бария определяют путем предварительного титрования 10 мл квасцов насыщенным раствором едкого бария в присутствии пяти капель 1 %-го раствора фенолфталеина. По объему едкого бария, пошедшего на титрование, рассчитывают количество реактивов, необходимое для осаждения белков. Например, для нейтрализации 10 мл 10 %-го раствора квасцов израсходовано 8 мл раствора едкого бария, следовательно, для осаждения белков в 40 мл мясной вытяжки следует взять 25 мл раствора квасцов и 20 мл едкого натрия. После добавления осадителей объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают ему отстояться в течение 10 мин.

Для контроля во вторую мерную колбу емкостью 100 мл вносят такое же количество растворов квасцов и едкого бария, как и для осаждения белков в мясной вытяжке, и доводят до метки добавлением дистиллированной воды.

Исследуемую вытяжку после осаждения белков в контрольный раствор фильтруют через бумажный фильтр.

В коническую колбу отмеривают 20 мл мясного фильтрата, добавляют 0,3 мл индикатора № 1, состоящего из равных количеств 0,1 %-х спиртовых растворов нейтрального красного и метиленового голубого, и титруют 0,1 н. раствором NaOH до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую (это количество щелочи в расчет не принимается). Затем в ту же колбу приливают 10 мл формольной смеси и добавляют 0,5 мл индикатора № 2, состоящего из одной части 0,1 %-го раствора метилового синего и трех частей 1 %-го

раствора фенолфталеина. Содержимое колбы (сине-фиолетового цвета) оттитровывают 0,1 н. раствором NaOH. По мере прибавления щелочи фильтрат приобретает вначале ярко-зеленый цвет, а затем фиолетовый. Переход цвета исследуемого фильтрата от ярко-зеленого к фиолетовому считают окончанием титрования.

Параллельно в таком же порядке оттитровывают 20 мл контрольного раствора.

Содержание аминоаммиачного азота (ААмА) $\omega_{ААмА}$ (мг %) рассчитывают по формуле

$$\omega_{ААмА} = \frac{1{,}4 \cdot 100 \cdot 100\,(V_1 - V_2)\,K}{25 \cdot 40 \cdot 20}\,100 = 70\,(V_1 - V_2)\,K,$$

где 1,4 – количество азота, эквивалентное 1 мл 0,1 н. раствора NaOH, мг; V_1 – количество 0,1 н. раствора NaOH, пошедшего на титрование исследуемого фильтрата, мл; V_2 – количество 0,1 н. раствора NaOH, пошедшего на титрование контрольного раствора, мл; K – поправочный коэффициент титра щелочи.

По результатам анализа производят скидку баллов.

Содержание аминоаммиачного азота	*Скидка в баллах*
До 80 мг % (свежее мясо) ……...	0
От 80 до 130 (мясо сомнительной свежести) ……	1
Свыше 130 (несвежее мясо) ……...	2

Определение pH с помощью лабораторного pH-метра. Перед определением pH мяса готовят его водный экстракт. Для этого 10 г мясного фарша заливают бидистиллированной водой в количестве 100 мл и настаивают в течение 30 мин, периодически перемешивая. Затем вытяжку фильтруют через бумажный или ватный фильтр и в фильтрате определяют значение pH.

Методические указания по оформлению отчета к лабораторной работе № 3

Результаты исследования органолептических показателей свежести мяса заносят в таблицу, форма которой соответствует табл. 2.5.

Отчет должен содержать: цель работы, краткое описание методик эксперимента, необходимые расчеты по приведенным формулам, расчет погрешности определения содержания летучих жирных кислот и аминоаммиачного азота, анализ полученных результатов и выводы.

Титульный лист отчета и алгоритм математической обработки экспериментальных результатов приведены в прил. 1 и 2.

Литература: [9, 11].

3. КОНТРОЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ ДЛЯ БАКАЛАВРОВ ЗАОЧНОЙ ФОРМЫ ОБУЧЕНИЯ

Самостоятельная работа бакалавра-заочника заключается в изучении дисциплины по учебникам, учебным пособиям и монографиям, список которых приведен в конце учебно-методического пособия. После изучения основных теоретических положений дисциплины студент приступает к выполнению контрольной работы. Необходимо выполнить одну контрольную работу. Вариант контрольной работы соответствует последней цифре личного шифра бакалавра.

Отвечать на теоретические вопросы контрольной работы следует кратко и строго по существу. Можно приводить схемы, рисунки, таблицы и графики. В конце работы требуется привести список использованной литературы (авторы, названия источников, года и места издания) в алфавитном порядке. В тексте необходимо указать номера литературных источников, соответствующие их порядковым номерам в списке литературы.

Контрольная работа включает два теоретических вопроса и задачу, оформляется она в виде реферата.

Вариант 0

1. Привести общую классификацию методов исследования пищевого сырья и продуктов.

2. Перечислить основные понятия реологии. В чем состоят особенности реологического поведения реальных пищевых продуктов от идеальных тел?

3. При определении титруемой кислотности ягод клюквы для пяти параллельных определений были получены следующие значения объемов 0,1 н. раствора гидроксида натрия, мл: 2,25; 2,56; 2,43; 2,35; 2,84.

Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение титруемой кислотности и ее доверительный интервал. Объем образца титруемой пробы составляет 10 мл; общий объем водной вытяжки из ягод клюквы – 100 мл; масса навески ягод – 5 г.

Вариант 1

1. Перечислить общие принципы анализа сырья и готовых пищевых продуктов. Охарактеризовать принципы отбора проб различных пищевых продуктов и их подготовки для лабораторных исследований.

2. Дать характеристику потенциометрического метода определения активной кислотности (pH) пищевых продуктов. Привести примеры.

3. При определении кислотного числа жира исследуемого образца продукта для пяти параллельных определений были получены следующие значения объемов 0,1 н. раствора гидроксида калия, мл: 0,35; 0,56; 0,43; 0,65; 0,52.

Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение кислотного числа и его доверительный интервал. Объем спиртоэфирной вытяжки из продукта составляет 30 мл; масса навески исследуемого образца продукта – 5 г.

Вариант 2

1. Что такое разделение и концентрирование? Привести примеры применения этих приемов при анализе пищевых объектов.

2. Дать краткое описание методов анализа влаги в пищевых продуктах. Привести примеры.

3. Результаты пяти параллельных определений содержания влаги в образцах вареных колбасных изделий составили, %: 65,78; 63,554; 64,575; 63,52; 63,655.

Для анализа была взята навеска продукта массой 2 г и взвешена с точностью до второго знака после запятой. Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания влаги в образце и его доверительный интервал.

Вариант 3

1. В чем состоит особенность измерения вязкости пищевых продуктов? Привести современные способы измерения и расчета вязкости пищевых объектов.

2. Дать характеристику методов атомной абсорбционной спектроскопии (ААС). Привести примеры применения метода ААС для анализа пищевых объектов.

3. Результаты пяти параллельных определений содержания белка в образцах свинины составили, %: 15,25; 13,665; 14,775; 13,62; 13,345.

Для анализа была взята навеска продукта массой 3 г и взвешена с точностью до второго знака после запятой. Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провети анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания влаги в образце и его доверительный интервал.

Вариант 4

1. Дать полную характеристику понятия «качество пищевых продуктов».

2. Дать характеристику методов атомной эмиссионной спектроскопии (АЭС). Привести примеры применения метода АЭС для анализа пищевых объектов.

3. Результаты пяти параллельных определений содержания золы в образцах продукта составили, %: 1,25; 1,365; 1,475; 1,36; 1,335.

Для анализа была взята навеска продукта массой 5 г и взвешена с точностью до третьего знака после запятой. Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания влаги в образце и его доверительный интервал.

Вариант 5

1. Привести перечень операций для подготовки к органолептическому анализу образцов пищевых продуктов: вареных колбас, молока, овощных консервов и рыбы-сырца.

2. Дать краткое описание методов определения содержания жира в пищевых продуктах. Привести примеры.

3. При определении pH образцов свинины были получены следующие значения: 6,55; 6,70; 6,10; 5,95; 6,80.

Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение pH и его доверительный интервал.

Вариант 6

1. Привести перечень операций для подготовки к органолептическому анализу образцов плодово-ягодных и овощных консервов в заливках.

2. Дать краткое описание метода определения содержания белка в пищевых продуктах. Привести примеры.

3. Результаты пяти параллельных определений содержания поваренной соли методом Мора в образцах вареных колбасных изделий составили, %: 2,35; 2,65; 3,75; 2,76; 2,45.

Для анализа была взята навеска продукта массой 5 г и взвешена с точностью до второго знака после запятой. Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания поваренной соли в образце продукта и его доверительный интервал.

Вариант 7

1. Дать общую характеристику метода молекулярной абсорбционной спектроскопии. Привести примеры применения метода для анализа пищевых продуктов.

2. Дать краткое описание метода определения содержания золы в пищевых продуктах. Привести примеры.

3. Результаты пяти параллельных определений содержания фосфатов в образцах полукопченой колбасы составили, %: 0,355; 0,365; 0,375; 0,346; 0,245.

Для анализа была взята навеска продукта массой 5 г и взвешена с точностью до третьего знака после запятой. Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной

вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания фосфатов в образце продукта и его доверительный интервал.

Вариант 8

1. Дать описание основных принципов рефрактометрии. Привести примеры применения рефрактометрии для определения состава пищевых продуктов.

2. Дать краткое описание метода определения титруемой кислотности пищевых продуктов. Привести примеры.

3. Результаты шести параллельных определений содержания сухих веществ в образцах сладкой консервной продукции составили, %: 55,85; 57,655; 65,35; 54,35; 55,245; 56,25.

Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания фосфатов в образце продукта и его доверительный интервал.

Вариант 9

1. Классификация и применение хроматографических методов разделения и анализа пищевых объектов.

2. Дать краткое описание метода определения титруемой кислотности пищевых продуктов. Привести примеры.

3. Результаты пяти параллельных определений содержания растворимости образцов сухого яичного порошка составили, %: 17,85; 18,655; 15,35; 17,35; 16,245.

Представить результаты правильно. Пользуясь статистическим критерием выбраковки, провести анализ полученных результатов при доверительной вероятности 0,95. Рассчитать среднее значение содержания фосфатов в образце продукта и его доверительный интервал.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Биохимические основы переработки и хранения сырья животного происхождения: Учеб. пособие / Ю.Г. Базарнова, Т.Е. Бурова и др. – СПб. : Проспект Науки, 2011. – 192 с.

2. **Василинец И.М., Колодязная В.С.** Методы исследования свойств сырья и пищевых продуктов: Учеб. пособие. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2001. – 165 с.

3. Структура и текстура пищевых продуктов. Продукты эмульсионной природы / Под ред. Б.М. Мак Кенна; Пер. с англ. под науч. ред. Ю.Г. Базарновой. – СПб.: Профессия, 2007. – 462 с.

4. **Антипова Л.В., Глотова И.А., Рогов И.А.** Методы исследования мяса и мясных продуктов: Учеб. для вузов. – М.: Колос, 2001. – 376 с.

5. Срок годности пищевых продуктов: расчет и испытание / Под ред. Р. Стеле; Пер. с англ. под науч. ред. Ю.Г. Базарновой. – СПб.: Профессия, 2006. – 480 с.

6. **Кириллов В.В., Нечипоренко А.П.** Современные спектральные методы анализа, используемые в пищевой промышленности: Учеб. пособие для вузов. – СПб: СПбГУНиПТ, 2006. – 98 с.

7. **Стрингер М., Денис К.** Охлажденные и замороженные продукты / Пер. с англ. – СПб.: Профессия, 2003. – 496 с.

8. **Базарнова Ю.Г., Бурова Т.Е.** Определение содержания β-каротина в объектах растительного происхождения: Метод. указания к лабораторной работе № 3 по курсу «Методы исследования свойств сырья и продуктов питания» для студентов спец. 260504 / Под ред. А.Л. Ишевского. – СПб.: ГУНиПТ, 2008. – 13 с.

9. **GACULA M. C. JR., SING H. J.** Statistical Methods in Food and Consumer Research. – Academic Press: NY, 1984.

10. **Базарнова Ю.Г., Бурова Т.Е.** Определение содержания красящих веществ в столовой свекле: Метод. указания к лабораторной работе № 4 по курсу «Методы исследования свойств сырья и продуктов питания» для студентов спец. 260504 / Под ред. А.Л. Ишевского. – СПб.: ГУНиПТ, 2008. – 12 с.

11. **Бурова Т.Е., Базарнова Ю.Г., Поляков К.Ю.** Комплексное определение степени свежести мяса: Метод. указания к лабораторным работам № 1–4 для студентов спец. 260301 очной и заочной форм обучения / Под ред. А.Л. Ишевского. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2008. – 20 с.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1

Титульный лист отчета по лабораторному практикуму

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

«Санкт-Петербургский национальный исследовательский
университет информационных технологий, механики и оптики»

ИНСТИТУТ ХОЛОДА И БИОТЕХНОЛОГИЙ

Отчет по лабораторному практикуму
по дисциплине:
Методы исследования сырья и готовой продукции
для бакалавров направления 260200
Продукты питания животного происхождения

Факультет пищевых технологий
Кафедра технологии мясных, рыбных продуктов
и консервирования холодом

ВЫПОЛНИЛ:

_____

ФИО, № группы

ПРОВЕРИЛ:
Доцент Базарнова Ю.Г.

_____

Санкт-Петербург
год

Приложение 2

Математическая обработка результатов эксперимента

Как правильно выразить результат измерения? Измеренное значение необходимо представить таким образом, чтобы оно отражало точность измерения. Например, если при взвешивании образца получено значение 1,2456 г, это указывет на то, что взвешивание проведено с точностью до десятитысячных долей грамма, возможная ошибка относится к последней цифре написанного числа. Результат нельзя представить как 1,24 и 1,24560, так как это не отражает действительной точности определения.

Значащие цифры – минимальное число цифр, с помощью которых можно представить результат измерения в соответствии с его точностью.

Пример 1. Представить в правильном виде число 86 370 000, если точность определения – сотни единиц.

Ответ: $8{,}63700 \cdot 10^{-5}$. Два последних нуля не являются значащими.

Пример 2. Представить в правильном виде число 0,046700, если полученные величины измерены с точностью до десятитысячных долей единицы.

Ответ: $4{,}67 \cdot 10^{-2}$. Первые два нуля не являются значащими, два последних нуля в этом случае также не будут значащими.

При сложении нескольких численных значений их сумма должна быть представлена с точностью величины, измеренной с наименьшей точностью, то же самое необходимо соблюдать при умножении и делении.

По точности, с которой нужно получить определенный результат, можно предварительно прикинуть, с какой точностью надо проводить необходимые определения.

Например: если при определении достаточно установить содержание ингредиента с относительной ошибкой в 10 %, это означает, что исходный образец порядка 0,2 г нужно взвесить с точностью не более 0,01 г.

В фотометрии значение абсорбции определяется тремя значащими цифрами, например D = 0,456. Следовательно, массу исходной навески можно представить не более чем тремя значащими цифрами (1,34 или 0,526), взвешивание с большей точностью в этом случае бессмысленно.

Методы математической статистики применимы к учету и оценке случайных погрешностей. Статистической обработке поддаются только случайные ошибки. Рассмотрим алгоритм расчета случайной погрешности.

1. Рассчитать среднее арифметическое значение экспериментально определяемой величины $\overline{X}$:

$$\Delta \overline{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} X_i ,$$

где n – число измерений.

2. Найти среднее квадратическое отклонение результата измерения:

$$S_{\overline{X}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \overline{X})^2}{n\,(n-1)}} .$$

3. Определить доверительный интервал при вероятности α = 0,95:

$$\Delta \overline{X} = t_{\alpha,\,n}\, S_{\overline{X}} ,$$

где $t_{\alpha,\,n}$ – коэффициент Стьюдента.

Значения коэффициента Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 приведены в табл. 1.

Таблица 1

Значения коэффициента Стьюдента для доверительной вероятности 0,95

Число параллельных измерений	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$t_{\alpha,\,n}$	12,7	4,3	3,2	2,8	2,6	2,4	2,4	2,3	2,3

4. Округлить результат определения $\overline{X}$ в соответствии с полученной величиной $\Delta\overline{X}$.

5. Найти относительную погрешность измерения $\varepsilon_{\overline{X}}$ (%):

$$\varepsilon_{\overline{X}} = \frac{\Delta\overline{X}}{\overline{X}} 100.$$

Статистический критерий выбраковки результата измерения

Суть одного из сравнительно простых и удобных критериев состоит в следующем:

1. Определяется разность между наибольшим и наименьшим результатами измерения с учетом сомнительного. Она обозначается R_1.

2. Определяется разность результатов без учета сомнительного, обозначаемая R_2.

3. Вычисляется отношение R_1/R_2 и сравнивается с соответствующими критическими значениями P, приведенными в табл. 2.

Если $R_1/R_2 > P$, то результат выбраковывается; если $R_1/R_2 < P$, его учитывают вместе с остальными.

Критические значения P для отношения R_1/R_2 приведены в табл. 2.

Таблица 2

Критические значения P для отношения R_1/R_2

№	Статистическая вероятность	
	95 %	99 %
3	16,9	83,3
4	4,3	9,0
5	2,8	4,6
10	1,7	2,1

Например: для серии из пяти определений получены следующие результаты: 38,14; 38,23; 38,06; 38,19; 38,81 %.

Последний результат сомнителен.

$$R_1 = 38{,}81 - 38{,}06 = 0{,}75;$$
$$R_2 = 38{,}23 - 38{,}06 = 0{,}15;$$
$$R_1/R_2 = 0{,}75 / 0{,}15 = 5{,}0.$$

Так как 5,0 > 4,6, следовательно, последний результат не обусловлен случайной ошибкой и его необходимо отвергнуть.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ……..... 3
1. РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ И МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ…….. 5
1.1. Классификация методов исследования пищевого сырья и продуктов……... 5
1.2. Комплексная оценка качества и безопасности пищевого сырья и продуктов. Основные понятия и термины…….. 8
1.3. Общие принципы анализа и подготовки проб Органолептические методы оценки качества пищевых продуктов…….. 12
1.4. Инструментальные методы исследования реологических свойств пищевых продуктов…… 18
1.5. Физико-химические методы исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов…….. 22
1.6. Спектроскопия. Использование спектров для определения химического состава и безопасности сырья и готовой продукции……. 36
2. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ……. 42
Тема 2.1. Определение содержания β-каротина в плодах и овощах……... 42
Лабораторная работа № 1…… 45
Тема 2.2. Определение содержания красящих веществ в столовой свекле…… 47
Лабораторная работа № 2…… 49
Тема 2.3. Комплексное определение степени свежести мяса…… 52
Лабораторная работа № 3…… 58
3. КОНТРОЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ ДЛЯ БАКАЛАВРОВ ЗАОЧНОЙ ФОРМЫ ОБУЧЕНИЯ……... 63
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ……..... 68
ПРИЛОЖЕНИЯ……. 69

Базарнова Юлия Генриховна

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Учебно-методическое пособие

Ответственный редактор
Т.Г. Смирнова

Редактор
Е.О. Трусова

Компьютерная верстка
Н.В. Гуральник, И.В. Гришко

Дизайн обложки
Н.А. Потехина

Подписано в печать 16.08.2013. Формат 60×84 1/16
Усл. печ. л. 4,42. Печ. л. 4,75. Уч.-изд. л. 4,5
Тираж 50 экз. Заказ № С 50

НИУ ИТМО. 197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49
ИИК ИХиБТ. 191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9