

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

*КЕМЕРОВСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ  
ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ*

**Т.В. Подлегаева, А.Ю. Просеков**

**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ СЫРЬЯ  
И ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ**

*УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ*

Кемерово 2004

УДК:

Печатается по решению Редакционно-издательского совета Кемеровского технологического института пищевой промышленности

**Рецензенты:** коммерческий директор ОАО «Мелькорм»,  
кандидат технических наук **А.А. Малин**

зам.директора по развитию и качеству  
ОАО «Кемеровский молочный комбинат»,  
кандидат технических наук **К.И.Васильев**

Методы исследования свойств сырья и продуктов питания:  
Учебное пособие / Т.В. Подлегаева, А.Ю. Просеков. Кемеровский  
технологический институт пищевой промышленности.- Кемерово,  
2004.- 101 с.

ISBN

В учебном пособии подробно описаны и освещены современные  
методы исследования состава и свойств сырья и продуктов питания.

Учебное пособие предназначено для студентов специальности  
271400 «Технология продуктов детского и функционального пита-  
ния» всех форм обучения

Ил. - , библиограф. назв. – , табл. .

П  $\frac{4001010000}{У 50(03)-03}$

ISBN 5-89289-241-7

© Кемеровский технологический  
институт пищевой промышленности, 2004

## Оглавление

<b>Введение</b> .....	4
<b>Глава 1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ВОПРОСЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ.</b>	5
.....	
1.1. Термины и определения.....	5
1.2 Организация лабораторного контроля.....	6
1.3 Методы определения показателей качества сырья и продуктов питания.....	12
<b>Глава 2. ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.</b> .....	18
2.1 Спектральные методы.....	18
2.2 Рефрактометрия и поляриметрия.....	26
2.3 Хроматография.....	30
2.4 Реологические методы исследования.....	31
<b>Глава 3. ПРИКЛАДНОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПРИ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ.</b> .....	35
3.1 Относительная плотность.....	35
3.2 Кислотность.....	37
3.3 Сухие вещества и влажность.....	38
3.4 Активность воды.....	41
3.5 Белок.....	42
3.6 Липиды.....	59
3.7 Углеводы.....	62
3.8 Витамины.....	67
3.9 Минеральные вещества.....	71
3.10 Функционально-технологические свойства.....	75
3.11 Безопасность пищевых продуктов.....	76
<b>Глава 4. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ.</b> .....	80
<b>Библиографический список</b> .....	98
<b>Вопросы для подготовки к сдаче зачета</b> .....	99

## Введение

В технологии изготовления пищевых продуктов качество и состав сырья, эффективность производственных процессов, экологическая безопасность, соответствие выпускаемой продукции установленным нормам, соблюдение санитарно-гигиенических требований имеют большое значение. Решение всех перечисленных вопросов требует знания методов исследования пищевого сырья и готовых продуктов. Эта наука предусматривает как разработку новых принципов и методов анализа пищевых систем, так и установление строения отдельных веществ, их функций и взаимосвязи с другими компонентами.

Исследование любого пищевого продукта – сложная аналитическая задача. Из-за особенностей состава и многокомпонентности продуктов необходимо приспособлять стандартные методы к особенностям состава и физико-химической структуры продукта – т.е. в каждом конкретном случае требуется проведение в той или иной мере аналитической исследовательской работы.

Сегодня можно выделить следующие методы, нашедшие широкое применение в пищевой промышленности: газовая хроматография, жидкостная хроматография, атомно-абсорбционная спектрометрия, фотометрия, люминесценция, капиллярный электрофорез, инфракрасная спектроскопия, электрохимия, классические методы анализа (титриметрия, гравиметрия), реологические методы исследования.

В настоящее время отмечается увеличение доли хроматографических методов и капиллярного электрофореза, что указывает на первоочередную важность освоения данных методов для пищевой промышленности. В будущем возрастет использование спектральных, атомно-абсорбционных методов и методов капиллярного электрофореза для проведения исследований качества сырья и готовой продукции. Из этого следует, что освоение методологией оценки свойств сырья и готовой продукции для инженеров-технологов имеет самое важное значение.

# Глава 1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ВОПРОСЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

## 1.1 Термины и определения

*Свойство продукции* - это объективная особенность продукции, которая может появляться при ее создании, эксплуатации или потреблении. Свойства продукции можно условно разделить на простые и сложные. К числу простых свойств можно отнести вкус, внешний вид, цвет, а к сложным - перевариваемость, усвояемость и другие.

*Качество продукции* можно определить как общую совокупность технических, технологических и эксплуатационных характеристик продукции, посредством которых последняя будет отвечать требованиям потребителя.

Для оценки качества продукции используют *показатели качества* - это количественная характеристика одного или нескольких свойств продукции, составляющих ее качество, рассматриваемая применительно к определенным условиям создания или потребления. Данный показатель количественно характеризует пригодность продукции удовлетворять определенные потребности. Показатель качества может выражаться в различных единицах (ккал, процентах, баллах и т.п.), но может быть и безразмерным. Для оценки качества продукции может применяться система показателей (единичный, комплексный, определяющий, интегральный).

*Единичный показатель* - это показатель качества продукции, характеризующий одно из ее свойств (например, вкус, цвет, аромат, влажность, упругость, консистенция, набухаемость и т.п.)

*Комплексный показатель* - показатель, характеризующий несколько свойств продукции или одно сложное свойство, состоящее из нескольких простых.

К комплексным показателям относятся:

- *пищевая ценность* - содержание в продукции широкого перечня пищевых веществ (белков, жиров, углеводов, минеральных веществ, витаминов и др.), энергетическая ценность и органолептические достоинства продукции;

- *биологическая ценность* - качество белков, содержащихся в продукции, их сбалансированность по аминокислотному составу, перевариваемость и усвояемость, которые зависят не только от аминокислотного состава, но и от его структурных особенностей;

- *энергетическая ценность* - термин, характеризующий ту долю энергии, которая может высвободиться из пищевых веществ в процессе биологического окисления и использоваться для обеспечения физиологических функций организма.

Состав продукции (содержание белков, жиров, углеводов и др.) характеризует пищевую ценность продукции, дает (иногда косвенно) представление о ее биологической и энергетической ценности.

С продуктами питания в организм человека поступает значительная часть веществ, опасных для его здоровья, особенно этот фактор важен для детского и профилактического питания. В связи с этим остро стоят проблемы, связанные с повышением ответственности за эффективность и объективность контроля качества сырья и пищевых продуктов, призванного гарантировать их безопасность для здоровья детей.

*Безопасными* для здоровья принято считать продукты, которые не содержат (или содержат в минимальных, допустимых санитарными нормами качества) токсические вещества, не обладают канцерогенными, мутагенными или иными неблагоприятными воздействиями на организм человека.

Безопасность пищевых продуктов и сырья оценивают по количественному или качественному содержанию в них микроорганизмов и продуктов их жизнедеятельности, веществ химической и биологической природы. Опасность для здоровья человека представляет присутствие в пищевых продуктах патогенных микроорганизмов, искусственных и естественных радионуклеидов, солей тяжелых металлов, нитритов, нитратов, нитрозосоединений, пестицидов, а также пищевых добавок - консервантов, красителей и ряда других.

## **1.2 Организация лабораторного контроля**

В обеспечении высокого качества продуктов питания важная роль принадлежит работе производственной лаборатории, выполняющей на предприятиях пищевой промышленности функции отдела тех-

нического контроля. Успешное выполнение этих функций зависит от квалификации сотрудников, оснащенности лаборатории необходимыми средствами контроля, реактивами, посудой, вспомогательным оборудованием, обеспеченности нормативной документацией и справочными данными.

За последние годы в организации и проведении контроля качества продуктов питания произошли существенные изменения. В промышленность внедрены новые правила приемки и отбора проб, которые основаны на методах статистического приемочного контроля, введены также новые стандарты на методы определения физико-химических показателей пищевых продуктов. Особое место занимают методы определения показателей молочных продуктов для детского питания. Ниже приведены некоторые нормативные документы, разработанные в последнее время:

ГОСТ Р 30648.1-99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения жира

ГОСТ Р 30648.2-99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения белка

ГОСТ Р 30648.3-99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения влаги и сухих веществ

ГОСТ Р 30648.4-99 Продукты молочные для детского питания. Титриметрические методы определения кислотности

ГОСТ Р 30648.5-99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения активной кислотности

ГОСТ Р 30648.6-99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения индекса растворимости

ГОСТ Р 30648.7-99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения сахарозы.

На предприятиях пищевой промышленности производственная лаборатория выполняет функции отдела технического контроля, оговоренные Типовым положением об отделе (управлении) технического контроля промышленного предприятия (объединения). Предприятие может реализовать только ту продукцию, которая принята производственной лабораторией и оформлена документом, удостоверяющим ее соответствие установленным требованиям.

Производственная лаборатория является самостоятельным структурным подразделением предприятия и действует на основании Положения о производственной лаборатории, утверждаемого директором предприятия.

Структура и штаты производственной лаборатории предприятия устанавливаются в зависимости от категории предприятия, с учетом объема и ассортимента выпускаемой продукции и условия работы производства и утверждаются директором предприятия или объединения. В структуре производственной лаборатории в обязательном порядке должны быть предусмотрены химико-аналитическая группа, возглавляемая старшим химиком, и микробиологическая группа, возглавляемая старшим микробиологом.

Основными задачами производственной лаборатории являются предотвращение выработки и поставки потребителям продукции, не соответствующей требованиям действующей нормативно-технической документации, утвержденным рецептурам и технологическим инструкциям; укрепление производственной и санитарной дисциплины на предприятии; повышение ответственности всех звеньев производства за качество выпускаемой продукции.

Для решения этих задач производственная лаборатория предприятия выполняет следующие функции:

- осуществляет входной контроль поступивших на предприятие сырья, полуфабрикатов, материалов, тары, проводит или организует контроль качества воды, участвует в контроле производственного процесса, выполняя необходимые химические и микробиологические анализы в соответствии с действующей технологической документацией и документацией по санитарно-бактериологическому контролю, организует или проводит контроль за содержанием в продуктах токсических веществ, организует органолептические испытания и осуществляет приемочный контроль готовой продукции;
- проводит инспекционный контроль за соблюдением при производстве установленных рецептур, требований технологической документации; норм и правил, оговоренных действующей документацией по вопросам санитарии;
- оформляет необходимые документы, удостоверяющие соответствие принятой готовой продукции установленным требованиям, а также документы, содержащие обоснование для предъявления претензий к поставщикам сырья, полуфабрикатов, материалов и тары;
- ведет учет претензий потребителей на несоответствие поставленной предприятием продукции установленным требованиям и подготавливает отчеты о качестве продукции по утвержденной форме; участвует в испытаниях новых видов продукции и работах по тех-



нологическому сортоиспытанию новых видов сырья, применению новых технологических процессов или уточнению технологических режимов по ведению учета расходования сырья, представляя данные химико-технической отчетности, в анализе потерь сырья и материалов и разработке мероприятий по устранению повышенных потерь и отходов;

- и другие.

Большая часть работ по анализу качества продукции связана с измерениями, выполняемыми с помощью тех или иных средств измерений, особым образом выбираемых и находящихся на специальном обслуживании, что обеспечивает единство и точность результатов контроля. К средствам измерений относятся: меры, измерительные преобразователи, измерительные приборы и измерительные принадлежности.

Меры предназначены для воспроизведения физической величины (массы, объема и пр.) заданного размера. Мерами являются гири, наборы гирь, шаблоны, концевые меры длины, песочные часы, мерная химическая посуда, стандартные растворы, образцовые вещества и пр.

Измерительные преобразователи служат для выработки сигнала в форме, удобной для его передачи, хранения и обработки; измерительные преобразователи обычно являются составной частью более или менее сложных измерительных комплексов.

Измерительные приборы предназначены для выработки сигнала в форме, удобной для непосредственного восприятия. Приборы могут быть шкальными, цифровыми и регистрирующими. К измерительным приборам относятся термометры, ионометры, манометры, секундомеры, рефрактометры, фотоколориметры, иономеры, амперметры, вольтметры и др.

Измерительные принадлежности используются при измерениях и влияют на их результаты. К ним могут быть отнесены сушильные шкафы, термостаты и другие устройства.

Выбор средств измерений осуществляют исходя из их метрологических характеристик, т.е. таких технических параметров, от которых зависит точность измерения.

Одной из основных метрологических характеристик любого средства измерения, определяющей его пригодность для выбранной цели измерений, является нижний и верхний пределы измерения, т.е. наименьшее и наибольшее значения величины, которые можно изме-

ритель данным средством контроля. Нижний и верхний пределы измерений ограничивают диапазон измерений. Под диапазоном измерений понимается область значений измеряемой величины, для которой нормированы допускаемые погрешности средства измерения.

Немаловажной метрологической характеристикой измерительного прибора является его чувствительность, представляющая собой отношение сигнала на выходе прибора к вызвавшему его изменению измеряемой величины.

Важнейшей метрологической характеристикой, на которой базируется выбор средства измерения, является его погрешность. Способ выражения погрешности зависит от вида средства измерений. Точность мер характеризуют абсолютной и относительной погрешностями.

Погрешности средств измерений принято подразделять на статические, имеющие место при измерении постоянных во времени величин, и динамические, появляющиеся при измерении переменных во времени величин и обусловленные инерционными свойствами средства измерения.

В нормативной документации на меры, измерительные преобразователи и приборы часто указывают класс точности средства измерения. Класс точности представляет собой обобщенную характеристику, определяемую пределами основных и дополнительных погрешностей, а также рядом других свойств, влияющих на точность результатов измерений.

Метрологическое обслуживание, т.е. учет, ревизию, ремонт, поверку всех средств измерений, применяемых в лаборатории, должна осуществлять (своими силами или с помощью сторонних организаций) метрологическая служба предприятия. Однако заведующий производственной лабораторией несет ответственность за применение при анализах неисправных и неповеренных средств измерений и поэтому должен обеспечить контроль за их состоянием и соблюдением сроков поверки, наличием поверительных клейм или свидетельств о поверке.

Сроки периодических поверок (межповерочные интервалы) устанавливаются метрологической службой предприятия с учетом данных о фактической надежности, интенсивности использования и условий эксплуатации каждого из средств измерений. Как правило, срок поверки основных видов приборов, применяемых в производственной лаборатории, - один раз в год.

В химических лабораториях пользуются посудой из специального химико-лабораторного стекла, кварцевого стекла или фарфора. Основными требованиями к химико-лабораторному стеклу являются химическая стойкость (способность противостоять действию разных химических реагентов) и термическая стойкость, выражающаяся в способности выдерживать резкие колебания температуры.

Кварцевое стекло более стойкое к действию высоких температур и температурным перепадам, так как коэффициент теплового расширения прозрачного кварца примерно в 15 раз меньше коэффициента расширения обычного химико-лабораторного стекла. Кварцевое стекло обладает также наивысшей по сравнению с другими стеклами химической стойкостью по отношению к воде и кислым агрессивным средам. Поэтому посуду из прозрачного кварцевого стекла используют для работы с кислыми и нейтральными веществами при температурах до 1000 °С. Из прозрачного кварцевого стекла изготавливают тигли, чаши, стаканы, колбы, пробирки и др. Кварцевое стекло более хрупко, чем обычное, и его надо оберегать от удара.

Посуда из фарфора механически прочна и термостойка. Коэффициент линейного расширения фарфора примерно такой же, как стекла пирекс. Тем не менее изделия из фарфора нужно разогревать постепенно, разогретый сосуд не следует брать холодными щипцами или ставить на холодную подставку, иначе фарфор даст трещину или расколется.

В лабораториях при анализах применяют химические вещества разной степени чистоты. Согласно ГОСТ 13867 «Продукты химические. Обозначения чистоты» все выпускаемые промышленностью химические продукты подразделяют на 4 группы:

- сырые продукты природного происхождения и полуфабрикаты с большим количеством примесей;
- технические продукты с относительно небольшим содержанием примесей;
- реактивы для аналитических, препаративных и иных лабораторных работ;
- продукты особой чистоты, качество которых значительно выше качества химических реактивов.

Для химических анализов в пищевой промышленности в основном используют реактивы, которые в зависимости от содержания основного вещества и допустимых примесей выпускаются следующей квалификации: чистый (ч.) – низшая квалификация реактива; чи-

стый для анализа (ч.д.а.) – характеризует аналитическое применение препарата; химически чистый (х.ч.) – высшая степень чистоты реактива. Для определения микроколичеств веществ используют вещества особой чистоты (ос.ч.).

Реактивы, поступающие в лабораторию, должны быть снабжены этикетками, на которых указаны наименование, степень чистоты и срок хранения (если необходимо). Для реактива каждой квалификации этикетка на таре имеет определенный цвет (или на этикетку нанесена цветная полоса): зеленый – для квалификации «ч.», синий – для «ч.д.а.», красный – для «х.ч.», желтый – для «ос.ч.» и светло-коричневый – для прочих реактивов.

Реактивы хранят в закрытых емкостях во избежание загрязнения как самих реактивов, так и воздуха в лаборатории. Концентрированные растворы кислот и аммиака хранят в склянках с притертыми пробками, на которые сверху одевают колпачок или химический стакан. Все реактивы, изменяющиеся под действием света, например йодистый калий, перманганат калия, хранят в банках из темного стекла. Излишки реактива хранят отдельно, не пересыпая в общую емкость.

### **1.3 Методы определения показателей качества сырья и продуктов питания**

В зависимости от применяемых средств измерений методы подразделяются на измерительные, регистрационные, расчетные, социологические, экспертные и органолептические.

*Измерительные методы* базируются на информации, получаемой с использованием средств измерений и контроля. С помощью измерительных методов определяют такие показатели, как масса, размер, оптическая плотность, состав, структура и др.

Измерительные методы могут быть подразделены на физические, химические и биологические.

Физические методы применяют для определения физических свойств продукции - плотности, коэффициента рефракции, вязкости, липкости и др. К таким методам относятся микроскопия, поляриметрия, колориметрия, рефрактометрия, спектроскопия, реология, люминесцентный анализ и другие.

Химические методы применяют для определения состава и количества входящих в продукцию веществ. Они подразделяются на ко-

личественные и качественные - это методы аналитической, органической, физической и биологической химии.

Биологические методы используют для определения пищевой и биологической ценности продукции. Их подразделяют на физиологические и микробиологические. Физиологические применяют для установления степени усвоения и переваривания питательных веществ, безвредности, биологической ценности. Микробиологические методы применяют для определения степени обсемененности продукции различными микроорганизмами.

*Регистрационные* методы - это методы определения показателей качества продукции, осуществляемые на основе наблюдения и подсчета числа определенных событий, предметов и затрат. Эти методы основываются на информации, получаемой путем регистрации и подсчета определенных событий, например, подсчета числа дефектных изделий в партии и т.д.

*Расчетные* методы отражают использование теоретических и эмпирических зависимостей показателей качества продукции от ее параметров. Эти методы применяют в основном при проектировании продукции, когда последняя еще не может быть объектом экспериментального исследования. Этим же методом могут быть установлены зависимости между отдельными показателями качества продукции.

*Социологические* методы основаны на сборе и анализе мнений фактических и возможных потребителей продукции; осуществляется устным способом, с помощью опроса или распространения анкет-вопросников, путем проведения конференций, совещаний, выставок, дегустаций и т.п. Этот метод применяют для определения коэффициентов весомости.

*Экспертные* методы - это методы, осуществляемые на основе решения, принимаемого экспертами. Такие методы широко используют для оценки уровня качества (в баллах) при установлении номенклатуры показателей, учитываемых на различных стадиях управления, при определении обобщенных показателей на основе совокупности единичных и комплексных показателей качества, а также при аттестации качества продукции. Экспертные методы оценки качества продукции применяются при невозможности или нецелесообразности по конкретным условиям оценки использовать расчетные или измерительные методы. Их используют самостоятельно или в сочетании с

другими методами при оценке нормативно-технической документации на продукцию и качество продукции, при выборе наилучших решений, реализуемых в управлении качеством продукции, а также для: классификации оцениваемой продукции и потребителей; определения номенклатуры и коэффициентов весомости показателей качества; выбора базовых образцов и определения значений базовых показателей; измерения и оценки показателей с помощью органов чувств; оценки единичных показателей, значения которых определены расчетным или измерительным методом; определения комплексных показателей качества и в других случаях.

Для оценки качества продукции с помощью экспертных методов создают экспертные комиссии (технические, дегустационные и др.). Экспертная комиссия состоит из двух групп: рабочей и экспертной. При формировании экспертной группы учитывают психофизиологические возможности эксперта и состояние его здоровья. Эксперт должен быть компетентным, деловитым и объективным.

Рабочая группа осуществляет подготовку и проведение экспертной оценки качества продукции и анализ ее результатов.

Оценка уровня качества продукции - это совокупность операций, включающая выбор номенклатуры показателей качества оцениваемой продукции, определение значений этих показателей и сопоставление их с базовыми. При проведении экспертной оценки качества продукции представляют в виде иерархической структуры.

Обобщенные показатели относят к самому высокому уровню, а групповые комплексные - к нижерасположенным. На нижнем уровне структурной схемы находятся единичные показатели. Число уровней иерархии определяется сложностью продукции, количеством показателей, целью и требуемой точностью.

*Органолептические* методы - методы, осуществляемые на основе анализа восприятий органов чувств. Значения показателей качества находятся путем анализа полученных ощущений на основе имеющегося опыта. Толкование термина «органолептический» происходит от греческого слова «organon» (орудие, инструмент, орган) плюс «lepticos» (склонный брать или принимать) и означает «выявленный с помощью органов чувств».

Органолептические свойства - это свойства объектов, оцениваемые органами чувств человека (вкус, запах, консистенция, окра-

ска, внешний вид и т.п.). Органолептический анализ пищевых и вкусовых продуктов проводится посредством дегустаций, т.е. исследований, осуществляемых с помощью органов чувств специалиста - дегустатора без применения измерительных приборов.

На рисунке 1.1 приведена классификация органолептических показателей соответственно воспринимающим органам чувств.

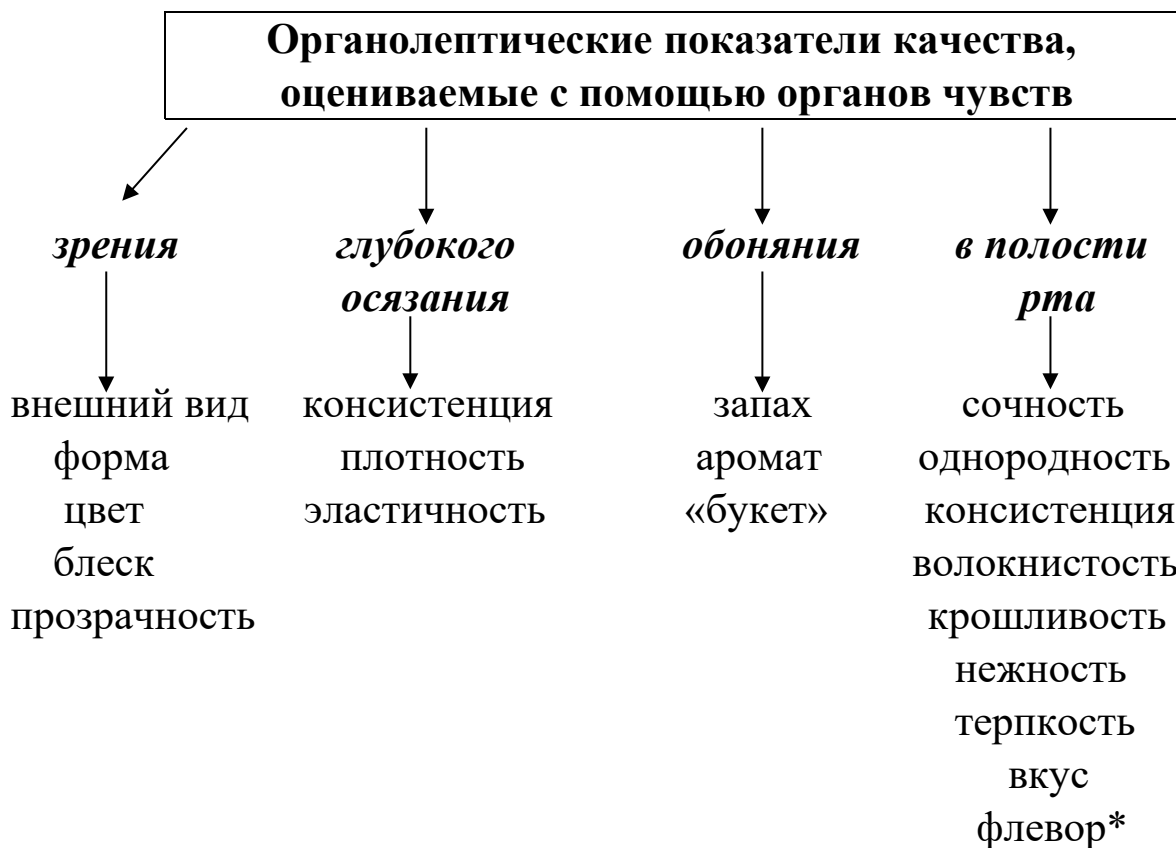


Рисунок 1.1 – Классификация органолептических показателей

\*флевор (вкусоность) - комплексное впечатление вкуса, запаха и осязания при распределении в полости рта, определяемое как качественно, так и количественно

Для оценки некоторых продуктов применяют специфические признаки, не показанные в приведенной классификации.

Контроль качества продуктов питания, как правило, основан на сочетании органолептических и инструментальных (или других не-сенсорных) методов. Например, микробиологические показатели наряду с органолептическими применяют для оценки свежести пищи.

В зависимости от поставленной задачи применяют различные методы, которые можно разделить на три группы:

-методы приемлемости и предпочтения (предпочтительности, желательности, удовлетворительности);

-методы различительные (сравнения, различения, дифференциации);

-методы описательные.

Методы приемлемости и предпочтения используют, когда необходимо знать мнение потребителей о качестве продуктов, поэтому к дегустациям обычно привлекают большое число потребителей.

Различительные методы применяют, когда требуется выяснить, существует ли разница между оцениваемыми образцами. Некоторые методы из этой группы позволяют также количественно оценить имеющуюся разницу. Различительные методы широко используют также при проверке сенсорных способностей дегустаторов.

С помощью описательных методов можно суммировать параметры, определяющие свойства продукта, рассматривать интенсивность этих свойств, а в некоторых случаях и порядок проведения отдельных составляющих свойств продукта, т.е. построить профили свойств (например, профили вкуса, запаха, консистенции продукта).

*Методы потребительской оценки* ставят своей целью проверку реакции потребителей в связи с изменением рецептуры и технологических режимов. Одновременно с новым продуктом необходимо оценивать существующий продукт, приготовленный традиционным способом. Поскольку потребители очень разные, рекомендуются соблюдать следующие условия:

- к оценке привлекать широкий круг потребителей предпочтительно того региона, где продукт будет реализовываться. При этом следует ориентироваться на мнение такой категории лиц, для которой продукт предназначен. Например, к оценке качества изделий детского назначения привлекать детей соответствующего возраста и их родителей;

- результаты потребительской оценки будут более достоверными, если к дегустациям продуктов одной товарной группы привлекать постоянный коллектив оценщиков, предварительно прошедших ознакомление с правилами проведения дегустаций и применяемыми методами.



*Аналитические методы органолептического анализа* основаны на количественной оценке показателей качества и позволяют установить корреляцию между отдельными признаками. К аналитическим относят методы парного сравнения, треугольный, дуо-трио, ранговый, балловый и др.

Дегустационная комиссия должна состоять из 5-9 человек, обладающих специальными знаниями, навыками и проверенной чувствительностью.

Среди аналитических методов можно выделить группы качественных и количественных различительных тестов.

Методы качественных различий позволяют ответить на вопрос, есть ли разница между оцениваемыми образцами по одному из показателей качества (вкусу, запаху, консистенции, внешнему виду) или общему впечатлению о качестве, но не отвечают на вопрос, какова разница между образцами. К этой группе относятся методы сравнения: парного, треугольного, два из трех (дуо-трио), два из пяти. Они основаны на сравнении двух подобных образцов со слабо выраженными различиями. Образцы могут быть представлены в виде пары (парный метод), в виде проб из трех образцов (два из которых идентичны) или в виде проб из пяти образцов (один образец повторяется в пробе два раза, другой - три раза). Пробы должны быть закодированы. Методы применяют в тех случаях, когда следует убедиться, имеются ли различия между двумя образцами продукта. Эти тесты применяют также при отборе дегустаторов.

К качественным различительным тестам относятся методы индекса разбавления и метод *scoring*. Эти методы позволяют количественно оценить интенсивность определенного свойства или уровень качества продукта в целом.

Метод индекса разбавлений предназначен для определения интенсивности запаха, вкуса, окраски продукта по величине предельного разбавления. Метод состоит в том, что жидкий продукт подвергают ряду возрастающих разбавлений до получения концентрации, при которой отдельные показатели не улавливаются органолептически. Показатель (индекс) вкуса, запаха, окраски выражается числом разбавлений или процентным содержанием исходного вещества в растворе.

Метод scoring (с англ. отсчет очков) основан на использовании шкал графических и словесных. Дегустатору предлагают два образца продукта, для которого оцениваемая характеристика имеет минимальное и максимальное значение, и один образец, для которого интенсивность характеристики не известна. При сравнении третьего образца с двумя первыми оценивается относительное значение характеристики и отмечается на шкале перпендикулярным штрихом с учетом расстояния от обоих концов.

Метод scoring (баллов) позволяет количественно оценивать качественные признаки продуктов и открывает большие возможности для изучения корреляции между органолептическими свойствами продуктов и объективными параметрами, измеряемыми инструментальными методами.

Следует отметить, однако, что наиболее объективную информацию можно получить, только используя измерительные методы. По сравнению с органолептическим анализом они более длительные и сложные, но лишены субъективности эксперта.

## Глава 2. ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1 Спектральные методы

Среди современных методов физико-химических анализов все большее распространение приобретает спектроскопия, позволяющая получить наиболее полную информацию о важнейших свойствах продукта. Спектральные методы исследования основаны на использовании явления поглощения (или испускания) электромагнитного излучения атомами или молекулами определенного вещества. Спектральный анализ используется для определения разнообразных органических соединений, а также минеральных элементов с концентрацией  $10^{-2} - 10^{-6}$  моля.

Спектральные методы дают широкие возможности для наблюдения и исследования соответствующих аналитических сигналов в различных областях электромагнитного спектра – рентгеновское излучение, ультрафиолетовое (УФ) излучение, видимый свет; инфракрасное (ИК), а также микро- и радиоволновое излучение.

Спектроскопию условно можно разделить на эмиссионную и абсорбционную.

*Эмиссионная* спектроскопия исследует излучательную способность вещества. Испускание энергии связано с предварительным термическим и энергетическим возбуждением атомов, когда электроны с основного уровня переходят при поглощении энергии на более высокий энергетический уровень.

*Абсорбционная* спектроскопия исследует поглощательную способность вещества. При этом анализируемую пробу помещают между источником электромагнитного излучения с определенным диапазоном частот и спектрометром. Спектрометр измеряет интенсивность света, прошедшего через пробу, в сравнении с источником первоначального излучения при заданной длине волны.

Для исследования свойств пищевых продуктов наибольший интерес представляют области: видимая (200-400 нм) со стеклянной оптикой, ультрафиолетовая (400-800 нм) с кварцевой оптикой и инфракрасная (2-15 мкм).

Под воздействием различных излучений происходят электронные переходы в молекулах вещества или свободных атомах исследуемого химического элемента (аналитический сигнал – поглощение или испускание), а также изменения ориентации спинов атомов (аналитический сигнал – ядерный магнитный резонанс) или электронов (аналитический сигнал – электронный парамагнитный резонанс). Аналитические сигналы измеряют различными методами.

В таблице 2.1 приведена классификация спектральных методов.

Таблица 2.1 – Классификация спектральных методов

Спектроскопия	Источник аналитического сигнала	Аналитический сигнал	Метод
Молекулярная	Молекула	Поглощение (абсорбция)  Испускание (люминесценция)	молекулярно-абсорбционную спектрометрию (МАС) Молекулярно-люминесцентную (МЛС), или флуориметрию
Атомная	Атом	Поглощение (абсорбция)  Испускание (эмиссия)	атомно-абсорбционную (ААС) Атомно-эмиссионную (АЭС)
Магнитного резонанса	Ядро атомов (магнитный момент ядра)  Электрон (магнитный момент электрона)	Ядерный магнитный резонанс – ЯМР-спектр Электронный парамагнитный резонанс – ЭПР-спектр	Спектрометрия ядерного магнитного резонанса (ЯМР) Спектрометрия электронного парамагнитного резонанса (ЭПР)
Масс-спектроскопия	Ион	Масс-спектр	Масс-спектрометрия

По источнику и типу аналитического сигнала спектральные методы разделяют на молекулярно-абсорбционную спектрометрию (МАС) и молекулярно-люминесцентную (МЛС), или флуориметрию; на атомно-абсорбционную (ААС) и атомно-эмиссионную (АЭС), а также спектрометрию ядерного магнитного резонанса (ЯМР) и электронного парамагнитного резонанса (ЭПР).

### **Молекулярно-абсорбционная спектрометрия**

В молекулярно-абсорбционной спектрометрии исследуют аналитические сигналы в области от 200 до 750 нм (УФ-излучение и видимый свет), вызванные электронными переходами внешних валентных электронов, а также поглощение излучения в ИК- и микроволновой области, связанное с изменением вращения и колебания молекул.

Наиболее широкое распространение получил метод, основанный на изучении поглощения в видимой области спектра в интервале длин волн от 400 до 750 нм – фотометрия; а также метод, основанный на поглощении излучения в различных частях инфракрасной области электромагнитного спектра – ИК-спектрометрия, чаще всего используют поглощение излучения в средней (длина волны 2,5 – 25 мкм) и ближней (длина волны 0,8-2,5 мкм) ИК-области.

### **Фотометрия**

Фотометрический метод количественного анализа основан на способности определяемого вещества, компонента смеси или их окрашенных форм поглощать электромагнитное излучение оптического диапазона. Способность к поглощению зависит от цветности исследуемого вещества. Цветность определяется электронным строением молекулы, обычно ее связывают с наличием в молекуле так называемых хромофорных групп, обуславливающих поглощение электромагнитного излучения веществом в видимой и УФ-областях спектра.

Общая схема выполнения фотометрического определения едина и включает следующие стадии:

подготовку пробы и переведения определяемого вещества или компонента в раствор, в реакционноспособную, в зависимости от химизма аналитической реакции форму;

получение окрашенной аналитической формы определяемого вещества в результате проведения цветной реакции при оптимальных условиях, обеспечивающих ее избирательность и чувствительность;

измерение светопоглощающей способности аналитической формы, т.е. регистрация аналитического сигнала при определенных условиях, отвечающих его локализации и наибольшей интенсивности.

Промышленностью выпускаются различные приборы молекулярно-абсорбционной спектроскопии – колориметры, фотометры, фотоэлектроколориметры, спектрофотометры и т.д., в которых установлены различные комбинации источников света, монохроматизаторов и рецепторов. Приборы можно классифицировать следующим образом:

по способу монохроматизации лучистого потока – спектрофотометры, т.е. приборы с призмным или решеточным монохроматором, позволяющие достигать высокой степени монохроматизации рабочего излучения; фотоэлектроколориметры, т.е. приборы, в которых монохроматизация достигается с помощью светофильтров;

по способу измерения – однолучевые с прямой схемой измерения (прямопоказывающие) и двухлучевые с компенсационной схемой;

по способу регистрации измерений – регистрирующие и нерегистрирующие.

В настоящее время применение автоматизированного, управляемого микропроцессором фотометра в большей степени расширяет возможности спектроскопии: позволяет проводить измерения большого количества образцов при различных длинах волн через различные интервалы времени.

### **Инфракрасная спектроскопия**

Инфракрасная спектроскопия (ИК) представляет собой один из новейших физических методов количественного и качественного анализа пищевых продуктов. Этот метод позволяет получать достаточно полную информацию о строении и составе органических веществ. ИК-излучение применяется для исследования жирнокислотного состава молочных продуктов, широко используется для определения пестицидов в различных пищевых продуктах, при анализе пищевых краси-

телей, а также для контроля технологических процессов при переработке растительного и животного сырья.

К настоящему времени изучены и систематизированы инфракрасные спектры более чем 20 000 соединений, что существенно облегчает практическое проведение анализа. Для получения первых ориентировочных данных часто пользуются так называемой картой Колтупа, на которой указаны спектральные области многих характеристических частот. Для окончательных выводов обычно требуется более тщательный анализ спектра. Иногда задача качественного анализа может быть решена простым сопоставлением спектра известного соединения и анализируемого вещества.

Количественный анализ по инфракрасным спектрам основан на применении закона Бугера-Ламберта-Бера. Чаще всего здесь используется метод градуировочного графика.

Применение ИК-спектроскопии чаще оказывается более полезным в качестве дополнительного метода при проведении идентификации чистых веществ после хроматографического разделения сложных компонентов пищевых продуктов. Инфракрасный спектр органического соединения является одним из наиболее однозначных физических свойств вещества. ИК-спектр более точно характеризует вещество, чем температура плавления, показатель преломления или плотность. При этом совсем не обязательно иметь образец известного для сравнения с определенным, а достаточно сопоставить полученный спектр с опубликованными кривыми поглощения. Однако для идентификации вещества необходимо знать, к какому классу органических соединений относится определяемое вещество.

Метод ИК-спектроскопии используется для определения содержания в пищевых продуктах витаминов А, К, В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub>, В<sub>6</sub>, С, никотиновой кислоты, токоферолов и каротина. В комбинации с хроматографией ИК-спектроскопию можно применить для исследования ароматических веществ и ряда органических соединений.

### **Молекулярно-люминесцентная спектрометрия**

Люминесценцией называют свечение атомов, ионов, молекул и других более сложных частиц вещества, которое возникает в результате перехода в них электронов при возвращении из возбужден-

ного состояния в нормальное. Чтобы вещество начало люминесцировать, к нему необходимо извне подвести определенное количество энергии. Частицы вещества, поглощая энергию, переходят в возбужденное состояние, пребывая в нем некоторое время. Затем они возвращаются в состояние покоя, отдавая при этом часть энергии возбуждения в виде квантов люминесценции.

С помощью люминесцентного анализа (ЛА) можно обнаружить в исследуемом образце присутствие вещества в концентрации  $10^{-11}$  г/г. Качественный и количественный ЛА используют для определения некоторых витаминов в пищевых продуктах, содержание белков и жиров в молоке, исследование свежести мяса и рыбы, диагностики порчи овощей, плодов и обнаружения в продуктах питания консервантов, лекарственных препаратов, канцерогенных веществ, пестицидов.

Свечение, возникающее под действием световых лучей оптического диапазона ультрафиолетовых (УФ) и видимых частот, носит название фотолюминесценции, которая в зависимости от вида возбужденного уровня и времени пребывания в нем подразделяется на флуоресценции и фосфоресценцию.

Флуоресценция – это вид собственного свечения вещества, которое продолжается только при облучении. Если источник возбуждения устранить, то свечение прекращается мгновенно или спустя не более 0,001 сек. Фосфоресценцией называют собственное свечение вещества, которое продолжается после отключения возбуждающего света.

Метод флуориметрии применяют для чувствительного определения очень малых количеств элементов при анализе органических веществ, при определении малых количеств витаминов, гормонов, антибиотиков, канцерогенных соединений и др. Основным преимуществом флуориметрии по сравнению с другими абсорбционными методами является высокая селективность, так как флуоресценцией обладает значительно меньшее число веществ (прежде всего ароматические соединения и порфирины). Ряд соединений можно перевести во флуоресцирующие, введя в молекулу флуоресцирующую группу, т.е. флуорофор (люминофор).

## **Атомная спектроскопия**



В атомной спектроскопии вещества исследуют, переводя их в состояние атомного пара – атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС) или газообразное состояние – атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС).

В атомно-абсорбционной спектроскопии для возбуждения атомов используют тепловую энергию. Распыляя образец в пламени, соединения переводят в атомный пар (атомизация). Большинство атомов возбуждаясь, переходит на более высокий энергетический уровень. При обратном переходе происходит выделение энергии. В процессе облучения атомов исследуемого элемента, находящихся в состоянии пара, линейчатым излучением того же самого элемента в возбужденном состоянии происходит резонансное поглощение. Этот процесс сопровождается уменьшением интенсивности линейчатого излучения. Измеряемое поглощение является мерой концентрации свободных атомов образца.

В атомно-эмиссионной спектроскопии возбуждения происходят при помощи электрических зарядов. При этом создаются высокие температуры, благодаря которым большинство атомов переходит в возбужденное состояние. Поглощение энергии этими атомами невозможно, поэтому происходит эмиссия (испускание) фотонов возбужденных атомов.

Определение элементов в большинстве случаев – металлов в атомной спектроскопии проводят чувствительным селективным методом при длине волны, характерной для каждого элемента.

Пределы обнаружения элементов методом атомной спектроскопии достигают  $10^{-12} - 10^{-14}$  г.

Метод атомной спектроскопии находит широкое применение в химии, биохимии, экологии и др., а также в анализе различных видов сырья и пищевых продуктов. Метод позволяет определить около 70 различных элементов; используется для одновременного определения большого числа элементов (многоэлементный анализ); для серийного анализа, благодаря высокой чувствительности и скорости.

## **Спектроскопия магнитного резонанса.**

### **Масс-спектроскопия**

Применение радио- и микроволновой областей электромагнитного спектра в аналитической химии и физико-химических исследованиях основывается на явлениях ядерного магнитного и электронного парамагнитного резонансов.

Спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР) изучает магнитный резонанс, возникающий в результате взаимодействия магнитного момента ядра с внешним магнитным полем. С помощью метода ЯМР можно исследовать ядра с собственным моментом количества движения (спин ядра) и связанным с ним магнитным моментом ядра.

Вещество, исследуемое методом ЯМР, помещают одновременно в два магнитных поля – одно постоянное, а другое радиочастотное. Измерение осуществляют на ЯМР-спектрометре, основными составляющими элементами которого являются: электромагнит (в простых приборах используют постоянный магнит); генератор радиочастотного излучения; датчик, в который помещают пробирку с образцом; электронный усилитель и интегратор; самописец.

Методы ЯМР значительно производительнее по сравнению с базовыми методами анализа и во многих случаях отличаются меньшей погрешностью определения, вместе с тем они требуют использования специально подготовленных образцов сравнения и иногда взвешивания пробы. Данные методы используют в основном для оценки состояния и свойств воды и жира в сырье и готовой продукции.

Масс-спектрометрия занимает особое положение среди спектроскопических методов. В строгом смысле слова этот метод не является спектрометрическим, так как вещество при анализе не подвергается воздействию электромагнитного излучения. Этот метод получил свое название из-за формального сходства и графического изображения масс-спектров со спектрами спектроскопических методов. Масс-спектропия основана на изучении тока от фрагментов ионов, полученных из нейтральных молекул вещества путем воздействия на них пучка электронов.

Метод масс-спектрометрии применяют в научно-исследовательской практике для идентификации соединений и установления строения неизвестных веществ, точного определения молекулярной массы, определения элементного состава, анализа следовых количеств био-

логически активных соединений, определения аминокислотной последовательности пептидов, анализа многокомпонентных смесей и т.п.

## 2.2 Рефрактометрия и поляриметрия

Рефрактометрический и поляриметрический оптические методы широко используют в практике анализа пищевых продуктов.

При прохождении через поверхность раздела двух сред световой луч отклоняется от первоначального направления, т.е. преломляется. Величина угла отклонения зависит от концентрации и температуры среды. Угол падения и преломления связан соотношением, которое называется показателем преломления. Рефрактометрия основана на измерении показателя преломления.

Некоторые вещества обладают оптической активностью. Они способны вращать плоскость поляризованного луча. Метод поляриметрии основан на определении угла вращения поляризованного луча.

### Рефрактометрия

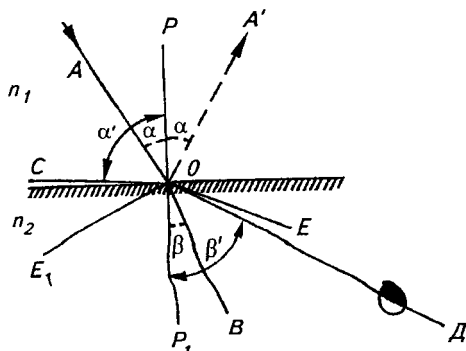
Если монохроматический луч  $A$  проходит через поверхность раздела двух сред, то одна часть света  $A'$  отражается от поверхности раздела, а другая часть  $B$  проходит через вторую среду, изменяя при этом направление (рисунок 2.1). Эту часть монохроматического света называют преломленным светом. Преломление луча света описывается законом Снелля:

$$n_1 \cdot \sin \alpha = n_2 \cdot \sin \beta, \quad (2.1)$$

где  $\alpha$  – угол падения, град;

$\beta$  – угол преломления, град;

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



## Рисунок 2.1 – Схема преломления лучей света

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

Так как показатель преломления зависит от такого фактора, как температура, поэтому рефрактометрические измерения принято выполнять при температуре 20<sup>0</sup>С. При отклонении температуры от 20<sup>0</sup>С вводят соответствующие температурные поправки.

Для измерения показателя преломления жидких веществ и растворов применяют приборы, называемые рефрактометрами. Большинство рефрактометров устроено так, что исследуемое вещество помещается между двумя призмами (двумя половинами призмы). Свет, пропущенный через призму, преломляясь или отражаясь от границы раздела сред (призма-вещество), освещает только часть шкалы, образуя достаточно резкую границу света и тени. Положение этой границы на шкале зависит от угла полного внутреннего отражения исследуемого вещества. На шкале указаны показатели преломления, соответствующие различным значениям угла полного внутреннего отражения.

Для определения составных частей сырья и готовой продукции используют различные рефрактометры ИРФ-454, ИРФ-464 и др.

Все измерения проводят в белом свете. Показатель преломления прозрачных сред определяют в проходящем свете, а полупрозрачных – в отраженном.

Рефрактометрию широко применяют при установлении концентрации углеводов в различных продуктах, массовой доли сухих веществ. Этим методом пользуются также для количественного определения жиров в пищевых продуктах, для пофазного контроля в процессе производства пищевых продуктов – кондитерских, напитков, некоторых видов консервов и т.д.

## Поляриметрия

Атомы молекул некоторых веществ способны поляризоваться, т.е. приобретать дипольный момент в электрическом поле. Поляриза-

ция атомов обусловлена смещением в молекуле атомов разного типа, что связано с несимметричным распределением в молекуле электронной плотности – ассиметрические атомы. Вещества, содержащие такие атомы, обладают оптической активностью. Они способны вызывать вращение плоскости поляризации проходящего через исследуемое вещество света. Метод исследования веществ, основанный на измерении величины угла вращения плоскости поляризации света при прохождении его через оптически активные вещества, называется поляриметрией. Величина такого вращения в растворах зависит от их концентрации, поэтому поляриметрию широко применяют для измерения концентрации оптически активных веществ, например сахаров.

Вещества, обладающие свойством изменять направление колебаний при прохождении через них поляризованного света, называются оптически анизотропными, или оптически активными.

Оптическая активность веществ обусловлена особенностями строения кристаллической решетки - в этом случае вещества проявляют оптическую активность только в твердом кристаллическом состоянии, или особенностями строения молекул - оптическая активность таких веществ проявляется только в растворах.

К веществам последней группы относятся главным образом такие органические вещества, как сахароза, фруктоза, глюкоза, винная кислота. Поляриметрический метод разработан для количественного определения веществ именно этой группы.

Оптическая активность вещества характеризуется удельным вращением, под которым понимается угол, на который повернется плоскость поляризации при прохождении поляризованного луча через раствор, в 1 мл которого содержится 1 г растворенного вещества, при толщине слоя раствора (длине поляризационной трубки), равной 1 дм.

Под плоскостью поляризации понимается плоскость, проходящая через поляризованный луч перпендикулярно направлению его колебаний.

Удельное вращение зависит не только от природы вещества, но и от температуры, длины поляризованного света и растворителя, поэтому его принято относить к температуре 20<sup>0</sup>С и желтой линии натрия и обозначать  $[\sigma]_d^{20}$  с указанием растворителя.

Угол вращения плоскости поляризации  $[\alpha]$  определяют по формуле

$$\alpha = [\sigma] \frac{l \cdot c}{100}, \quad (2.2)$$

где  $l$  – длина трубки, дм;  
 $c$  – концентрация вещества, г/100 мл;  
 $\sigma$  – удельное вращение, град.

Пользуясь формулой (4), вычисляем количество вещества в граммах, содержащееся в 100 мл раствора, т.е. концентрацию ( $c$ ).

$$c = \frac{\alpha \cdot 100}{l \cdot [\sigma]}, \quad (2.3)$$

Исследования методом полярометрии осуществляют с помощью прибора поляриметра или его разновидностью сахариметра, с помощью которого можно определять содержание сахарозы в растворе неизвестной концентрации без предварительного взятия навески.

### 2.3 Хроматография

Хроматографические методы широко применяют при исследовании состава и свойств пищевых продуктов. Они позволяют проводить исследования, не выполнимые другими инструментальными методами.

В основе хроматографических методов лежит широкий круг физико-химических процессов: распределение, адсорбция, ионный обмен, диффузия, комплексообразование и др.

В зависимости от природы процесса, обуславливающего механизм разделения, т.е. от типа взаимодействия между компонентами разделяемой смеси, подвижной и неподвижной фазами различают следующие основные варианты хроматографии: распределительную, адсорбционную, ионообменную и гель-фильтрационную.

Хроматографические методы также принято классифицировать в соответствии с выбранным типом подвижной и неподвижной фаз. Газовая хроматография (ГХ) объединяет те методы, в которых подвижной фазой является газ; жидкостная хроматография (ЖХ) – методы, в которых подвижной фазой служит жидкость.

В зависимости от агрегатного состояния обеих фаз различают следующие виды хроматографии: твердо-жидкостную хроматографию (ТЖХ), жидкость-жидкостную (ЖЖХ), газо-адсорбционную (ГАХ), газо-жидкостную (ГЖХ).

В настоящее время преимущественное развитие получила газовая хроматография (ГХ), чему способствовало создание чувствительных и универсальных газовых хроматографов с автоматическим детектированием. Этот метод предназначен для разделения и анализа летучих (в том числе и летучих при высоких температурах) соединений. На сегодняшний день – это один из наиболее эффективных способов анализа органических компонентов. Применяется при контроле качества, сертификации продукции, технологическом контроле и экологической безопасности.

Метод ГХ хорошо поддается автоматизации, в чем его неоспоримое преимущество перед другими современными физико-химическими исследованиями. Будучи одновременно и качественным и количественным методом анализа сложных смесей различных органических и неорганических соединений, ГХ используется и для комплексного изучения пищевых продуктов.

Газовая хроматография отличается от других хроматографических методов тем, что газ используется как подвижная фаза, а растворенное вещество перемещается по колонке в виде газа или пара, частично растворенного или адсорбированного в неподвижной фазе.

Разделение компонентов смеси основано на различной адсорбируемости или растворимости анализируемых компонентов при движении их газообразной смеси вдоль поверхности твердого тела или неподвижной жидкости в колонке.

При прохождении через колонку отдельные компоненты улавливаются (адсорбируются) активным адсорбентом или растворяются в пленке неподвижной жидкой фазы, нанесенной на поверхность инертного носителя. В результате неодинаковой адсорбируемости или различного взаимодействия с жидкой фазой компоненты смеси продвигаются по колонке с различными скоростями. Движение молекул веществ, обладающих более высокой сорбируемостью в жидкой фазе, замедляется, а неадсорбируемые или нерастворимые компоненты выходят из колонки первыми.

## 2.4 Реологические методы исследования

Пищевое сырье растительного и животного происхождения при заготовке (уборка урожая, убой скота, лов рыбы и т.д.), транспортировании, хранении и особенно при переработке в продукты питания подвергается различным механическим воздействиям. При этом производственные процессы должны быть организованы так, чтобы обеспечить максимально высокий уровень качества готовой продукции. Успешному решению этой задачи способствует знание реологических свойств и текстуры пищевых продуктов.

Пищевое сырье, полуфабрикаты и продукты относятся к реальным телам, которые обладают упругостью, пластичностью и вязкостью. В зависимости от вида, продолжительности и скорости нагружения реального тела некоторые из реологических свойств проявляются особенно ярко, в то время как другие едва заметны, и поэтому при выбранном нагружении ими можно пренебречь. Для инструментального определения реологических характеристик наиболее пригодны простой сдвиг (сдвиговое течение), одноосное растяжение и одноосное сжатие (компрессия).

Наиболее сложными реологическими свойствами обладают высококонцентрированные дисперсные системы с пространственными структурами.

По классификации, предложенной академиком П.А.Ребиндером структуры дисперсных систем в состоянии термодинамического равновесия, делятся на две группы:

1 – коагуляционные структуры, в которых взаимодействие между элементами происходит через тонкий слой дисперсионной среды и обусловлено силами Ван-дер-Ваальса (эти структуры могут проявлять свойства ньютоновских жидкостей (тиксотропию, пластичность, а также способны сильно изменять свои свойства при нагреве, введении ПАВ и других факторов);

2 – конденсационно-кристаллизационные структуры, которые возникают при сцеплении однотипных элементов на границе раздела фаз. Такие структуры обладают относительно высокой прочностью,



упругостью и хрупкостью. После разрушения они не восстанавливаются.

Под действием внешней нагрузки в любом продукте возникают деформации и напряжения, которые зависят от состава и строения выбранных объектов исследования, являясь мерой сил внутреннего взаимодействия между элементами их структуры.

Структурно-механические характеристики (СМХ) используют для оценки консистенции продукта как одного из основных показателей его качества. Оценка консистенции продукта осуществляется либо путем измерения СМХ на специальных приборах (реометрах), либо путем сенсорной (органолептической) оценки, т.е. субъективной оценки сопротивляемости и деформации продукта.

Таблица 2.2 - Типы дисперсных систем пищевых продуктов

Дисперсионная среда	Дисперсная фаза	Дисперсная система	Продукт (в том числе сырье, полуфабрикат)
Газ	Жидкость	Жидкий аэрозоль	Экстракт кофе при распылительной сушке
	Твердое тело	Твердый аэрозоль	Мука при пневмотранспортировании
Жидкость	Газ	Пена	Белковая пена
	Жидкость	Эмульсия	Молоко, майонез
	Твердое тело	Золь	Какао-масса
Суспензия		Фруктовый сок	
Твердое тело	Газ	Твердая пена, пористое твердое тело	Мороженое, безе, сухари
		Жидкость	Твердая эмульсия
		Пористое твердое тело, заполненное жидкостью	Овощи, фрукты

	Твердое тело	Твердая суспензия	Макаронные изделия, шоколад, карамель
--	--------------	-------------------	---------------------------------------

Сенсорная оценка консистенции, которую можно характеризовать как эмпирическую характеристику деформационного поведения продукта, была известна до широкого применения реологического анализа и используется до настоящего времени. Однако результаты сенсорной оценки зависят от квалификации дегустатора, тщательности проведения контроля с условием выполнения определенных правил, гарантирующих точность и воспроизводимость результатов, и при отсутствии специально подобранных и обученных экспертов, часто носят субъективный характер.

Таблица 2.3 – Сложные дисперсные системы пищевых продуктов

Продукт	Дисперсная фаза	Дисперсионная среда
Шоколад	Кристаллы сахара, твердые частицы какао, пузырьки воздуха	Кристаллическая форма какао-масла
Мороженое	Пузырьки воздуха, капельки жира, белковые макромолекулы	Кристаллическая водянистая фаза
Мякиш хлеба	Пузырьки воздуха, частично кристаллические молекулы крахмала, частицы отрубей	Крахмальный и белковый гель
Фрукты, овощи, картофель, зерно, масличные семена	Капельки жидкости, пузырьки воздуха, крахмальные зерна	Целлюлоза, белковая оболочка
Мясо	Капельки жидкости, кости, капельки жира	Белковые макромолекулы

Оценку консистенции продукта инструментальными методами (измеряя его СМХ) проводят следующим образом:

1. В зависимости от видов и интенсивности механического воздействия (нагружения во времени) определяют различные СМХ, из которых выбирают наиболее чувствительную к изменению структуры продукта при его деформации. Выбранная СМ является реологиче-

ским показателем консистенции (измеряемой величиной) для данного продукта.

2. Предварительно проводят определение «эталонного» значения СМХ для каждого вида продукта по существующим методикам оценки качества продукта. При этом в качестве «эталонного» принимают значение СМХ продукта высшего качества.

3. Сравнивают величину выбранного реологического показателя для исследуемого образца продукта с «эталонным» для него значением СМХ и по их разности судят о консистенции продукта.

Реометрия имеет целью определить все наиболее существенные реологические константы посредством специального механического воздействия на исследуемое тело.

Так как не всегда при определенном виде деформации тела одновременно появляются все его реологические свойства, то для полной количественной оценки реологических свойств тела необходимо применять различные методы нагружения. Инструментальное определение реологических констант требует правильного выбора методов измерений и приборов (реометров). Большинство приборов, их теория действия и примерный спектр изучаемых материалов широко освещены в справочной литературе.

В зависимости от поставленной задачи полученные результаты могут быть использованы для определения качества готового продукта, регулирования параметров технологического процесса производства, служить исходными данными при конструировании технологического оборудования и т.п.

### Глава 3. ПРИКЛАДНОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПРИ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Рассмотрим наиболее важные прикладные методы оценки качества и готовой продукции.

#### 3.1 Относительная плотность

Относительная плотность определяется как отношение плотности исследуемого вещества к плотности «стандартного» вещества в определенных физических условиях:

$$d = \frac{\rho}{\rho_0}, \quad (3.1)$$

где  $\rho$  - плотность данного вещества ( $\text{кг/м}^3$ );

$\rho_0$  - плотность «стандартного» вещества ( $\text{кг/м}^3$ ).

Плотность вещества,  $\rho$ ,  $\text{кг/м}^3$ , определяется как отношение покоящейся массы,  $m$  ( $\text{кг}$ ) к ее объему  $v$  ( $\text{м}^3$ ):

$$\rho = \frac{m}{v}, \quad (3.2)$$

Для жидких пищевых веществ «стандартным» веществом является чистая вода при температуре  $3,98^\circ\text{C}$  и нормальном атмосферном давлении, что соответствует наибольшей ее плотности.

Относительную плотность определяют при температуре продукта  $20^\circ\text{C}$  и воды  $4^\circ\text{C}$  или  $20^\circ\text{C}$  и обозначают символами  $d_{4^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}}$  или  $d_{20^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}}$ . Для пересчета значений плотности  $d_{4^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}}$  в  $d_{20^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}}$  или наоборот пользуются температурными коэффициентами расширения.

$$d_{20^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}} = 1,00177 d_{4^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}} \text{ и } d_{4^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}} = 0,99823 d_{20^\circ\text{C}}^{20^\circ\text{C}}$$

Относительная плотность жидких продуктов зависит не только от их температуры, но и от концентрации сухих веществ.

Показатели плотности учитываются при оценке качества молока, определении содержания сухих веществ в плодовых и ягодных экстрактах, содержания поваренной соли в растворах.

Для определения относительной плотности чаще всего применяют пикнометрический или ареометрический метод.

*Пикнометрический метод* основан на определении массы равных объемов исследуемого продукта и воды при температуре 20°C с помощью прибора пикнометра, который взвешивается, термостатируется вместе с исследуемым продуктом и отдельно с дистиллированной водой.

Плотность исследуемого продукта вычисляется по формуле

$$d_{20} = \frac{m_1 - m}{m_2 - m}, \quad (3.3)$$

где  $m$  - масса пустого пикнометра, г;

$m_1$  - масса пикнометра с исследуемой жидкостью, г;

$m_2$  - масса пикнометра с дистиллированной водой, г.

*Ареометрический метод* проводят с помощью прибора ареометр со шкалой, показывающей плотность. В исследуемый жидкий продукт погружают ареометр до тех пор, пока масса жидкого продукта, вытесненного им, не станет равной массе ареометра. Плотность жидкого продукта определяют по градуированной шкале ареометра в зависимости от уровня его погружения. Внутри некоторых ареометров имеется термометр, которым можно измерять температуру исследуемого жидкого продукта.

### 3.2 Кислотность

Кислотность является одним из показателей качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий, в частности, молока и молочных продуктов, соков, сиропов, булочных изделий и др. и характеризует степень их свежести. Под общей кислотностью подразумевается содержание в продукте всех кислот и их кислых солей, реагирующих со щелочью при титровании.

Метод определения титруемой кислотности основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина. Титруемую кислотность выражают в градусах Тернера ( $^{\circ}T$ ) или градусах Кеттстофера ( $^{\circ}K$ ), а также в процентах какой-либо кислоты.

Один градус Тернера соответствует объему ( $\text{см}^3$ ) водного раствора гидроксида натрия концентрацией  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ , необходимый для нейтрализации  $100 \text{ г}$  ( $100 \text{ см}^3$ ) исследуемого продукта.

Для определения общей кислотности приготавливают вытяжку исследуемого образца, добавляют индикатор 1%-ый фенолфталеин и титруют  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  раствором щелочи до слабо-розового окрашивания, не исчезающего (при спокойном стоянии пробы) 1 мин. Замечают объем раствора щелочи, пошедшего на титрование, и рассчитывают титруемую кислотность по формуле, соответствующей данному виду продукта, указанной в конкретной методике.

Активная кислотность также является показателем качества некоторых видов продукции и сырья, таких как бульоны, мясные полуфабрикаты, охлажденная продукция и др. Определяют ее электрометрически с помощью приборов рН-метров разных марок. В состав приборов входят стеклянный и вспомогательный электрод, при погружении которых в раствор исследуемого образца происходит обмен ионами между поверхностью стеклянного электрода и раствора. В результате этого ионы лития в поверхностных слоях стекла замещаются ионами водорода, и стеклянный электрод приобретает свойства водородного электрода. Показатель рН контролируемого раствора определяют по шкале прибора.

### 3.3 Сухие вещества и влажность

Вода – одно из самых распространенных веществ на земле, она является необходимым условием жизни и входит в состав всех пищевых продуктов и материалов.

Вода, не являясь собственно питательным веществом, жизненно необходима как стабилизатор температуры тела, переносчик нутриентов (питательных веществ) и пищеварительных отходов, реагент и реакционная среда в ряде химических превращений, стабилизатор конформации биополимеров и, наконец, как вещество, облегчающее динамическое поведение макромолекул, включая проявление ими каталитических (энзиматических) свойств.

Вода – важнейшая составляющая пищевых продуктов. Она присутствует в разнообразных растительных и животных продуктах как клеточный и внеклеточный компонент, как диспергирующая среда и растворитель, обуславливая консистенцию и структуру. Вода влияет

на внешний вид, вкус и устойчивость продукта при хранении. Благодаря физическому взаимодействию с белками, полисахаридами, липидами и солями, вода вносит значительный вклад в структуру пищи.

Содержание влаги (%) в пищевых продуктах изменяется в широких пределах: фрукты, овощи – 70-95; мясо – 65-75; молоко – 87; сыр – 37; хлеб – 35;; джем – 28; мука – 12-14; сухое молоко – 4.

Общая влажность продукта указывает на количество влаги в нем, но не характеризует ее причастность к химическим и биологическим изменениям в продукте. В обеспечении его устойчивости при хранении важную роль играет соотношение свободной и связанной влаги.

*Связанная влага* – это ассоциированная вода, прочно связанная с различными компонентами – белками, липидами и углеводами за счет химических и физических связей.

*Свободная влага* – это влага, не связанная полимером и доступная для протекания биохимических, химических и микробиологических реакций.

Содержание влаги (сухого вещества) в пищевых продуктах определяют прямыми и косвенными методами. Прямыми методами из продукта извлекают влагу и устанавливают ее количество; косвенными (высушиванием, рефрактометрией, по плотности и электропроводности раствора) – определяют содержание сухих веществ (сухого остатка). К косвенным относят также метод, основанный на взаимодействии воды с определенными реагентами.

Определение содержания влаги *высушиванием до постоянной массы (арбитражный метод)* основано на выделении гигроскопической влаги из исследуемого объекта при определенной температуре. Высушивание производят до постоянной массы или ускоренными методами при повышенной температуре в течение заданного.

Высушивание образцов, спекающихся в плотную массу, производят с прокаленным песком, масса которого должна быть в 2-4 раза больше массы навески. Песок придает навеске пористость, увеличивает поверхность испарения, препятствует образованию на поверхности корочки, затрудняющей удаление влаги. Высушивание производят в фарфоровых чашках, алюминиевых или стеклянных бюксах в течение 30 минут, при определённой температуре, зависящей от вида продукта.

Массовую долю сухих веществ (X, %) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m) \cdot 100}{m_1 - m}, \quad (3.4)$$

где  $m$  – масса бюксы со стеклянной палочкой и песком, г;  
 $m_1$  – масса бюксы со стеклянной палочкой, песком и навеской до высушивания, г;  
 $m_2$  – масса бюксы со стеклянной палочкой, песком и навеской после высушивания, г.

*Высушивание в аппарате ВЧ* производится за счёт инфракрасного излучения в аппарате, состоящем из двух соединённых между собой массивных плит круглой или прямоугольной формы (рисунок 3.1).

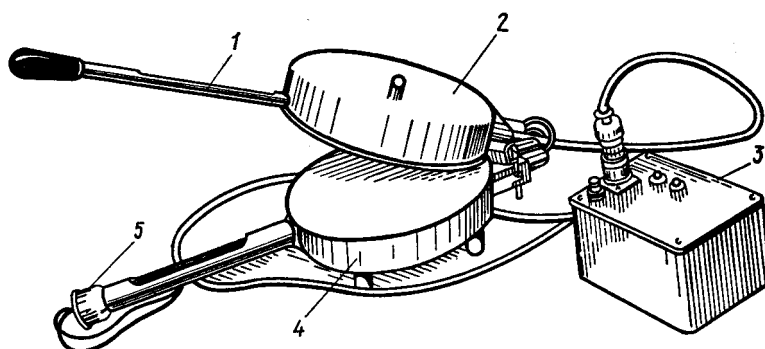


Рисунок 3.1 – Аппарат ВЧ для определения влажности  
 1 – рукоятка; 2 – верхняя плита; 3 – блок управления; 4 – нижняя плита; 5 – электроконтактный термометр

В рабочем состоянии между плитами устанавливают зазор 2-3 мм. Температура греющей поверхности контролируется двумя ртутными термометрами. Для поддержания постоянной температуры прибор снабжён контактным термометром, включённым последовательно с реле. На контактном термометре устанавливается заданная температура. Прибор включают в сеть за 20...25 мин до начала высушивания для нагревания до заданной температуры.

Навеску продукта высушивают в пакете из роторной бумаги размером 20x14 см в течение 3 мин при определённой температуре, охлаждают в эксикаторе 2-3 мин и быстро взвешивают с точностью до 0,01 г.

Влажность ( $X$ , %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m}, \quad (3.5)$$



где  $m$  – масса пакета, г;  
 $m_1$  – масса пакета с навеской до высушивания, г;  
 $m_2$  – масса пакета с высушенной навеской, г.

*Рефрактометрический метод* применяют для производственного контроля при определении содержания сухих веществ в объектах богатых сахарозой: сладких блюдах, напитках, соках, сиропах.

Метод основан на зависимости между коэффициентом преломления исследуемого объекта или водной вытяжки из него и концентрацией сахарозы. Коэффициент преломления зависит от температуры, поэтому замер производят после термостатирования призм и исследуемого раствора.

Массу сухих веществ ( $X$ , г) для напитков с сахаром рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot P}{100}, \quad (3.6)$$

где  $a$  – массовая доля сухих веществ, определённая рефрактометрическим методом, %;  
 $P$  – объём напитка, см<sup>3</sup>.

для сиропов, плодово-ягодных и молочных киселей и др. по формуле

$$X = \frac{a \cdot m_1}{m}, \quad (3.7)$$

где  $a$  – массовая доля сухих веществ в растворе, %;  
 $m_1$  – масса растворённой навески, г;  
 $m$  – масса навески, г.

Кроме этих распространённых методов определения сухих веществ применяется ещё ряд методов, позволяющих определить содержание как свободной, так и связанной влаги

*Дифференциальная сканирующая колориметрия.* Если образец охладить до температуры меньше 0°C, то свободная влага замёрзнет, связанная – нет. При нагревании замороженного образца в колориметре можно измерить тепло, потребляемое при таянии льда. Незамерзающая вода определяется как разница между общей и замерзающей водой.

*Диэлектрические измерения.* Метод основан на том, что при 0°C значения диэлектрической проницаемости воды и льда примерно рав-

ны. Но если часть влаги связана, то её диэлектрические свойства должны сильно отличаться от диэлектрических свойств объёмной воды и льда.

*Измерение теплоёмкости.* Теплоёмкость воды больше, чем теплоёмкость льда, т.к. с повышением температуры в воде происходит разрыв водородных связей. Это свойство используют для изучения подвижности молекул воды. Значение теплоёмкости, в зависимости от её содержания в полимерах, даёт сведения о количестве связанной воды. Если при низких концентрациях вода специфически связана, то её вклад в теплоёмкость мал. В области высоких значений влажности её в основном определяет свободная влага, вклад которой в теплоёмкость примерно в 2 раза больше, чем льда.

*Ядерно-магнитный резонанс (ЯМР).* Метод заключается в изучении подвижности воды в неподвижной матрице. При наличии свободной и связанной влаги получают две линии в спектре ЯМР вместо одной для объёмной воды.

### 3.4 Активность воды

Состояние воды в продуктах определяется различными характеристиками, среди которых: водосвязывающая способность, энергия вязи влаги и др. В последнее время все большее значение приобретает показатель «активность воды» ( $a_w$ ) как наиболее перспективный и информативный. Это показатель, введенный в 1950-х годах В.И.Скоттом и Х.Салвином, характеризует состояние воды в пищевых продуктах, используемой микроорганизмами для их жизнедеятельности.

По мнению ряда зарубежных авторов, измерение активности воды является одним из необходимых видов контроля качества продуктов, без которого в настоящее время не может обойтись ни одно предприятие пищевой промышленности.

По этой причине показатель активности воды ЕЭС с 1976 г. введен как обязательно для оценки качества пищевых продуктов, а в США он включен в инструкцию Управления по контролю за качеством пищевых продуктов и лекарственных препаратов.

Согласно современной классификации пищевые продукты по величине активности воды делятся на три группы:

- продукты с высокой влажностью ( $a_w = 0,9-1,0$ );
- продукты с промежуточной влажностью ( $a_w = 0,6-0,9$ );
- продукты с низкой влажностью (сухие) ( $a_w = 0,6$ ).

Среди многообразия известных методов определения активности воды ( $\alpha_w$ ) часто используется косвенный метод, отличающийся простотой измерения и отсутствием дорогостоящих приборов. Это гравиметрический метод, модифицированный Х.М.Феттом, который предложил измерять  $\alpha_w$  при помощи эксикаторов. Для этого проводят серию опытов, ставя параллельно 6 (не менее) эксикаторов, в которые заливают насыщенные растворы веществ, имеющие известные значения активности, близкие к ожидаемому значению в продукте. В эксикаторы над растворами на одном и том же уровне помещают сетки из полимерного материала, на которые кладут точно взвешенные образцы продукта (массой около 15-20 г). Эксикаторы помещают в термостат с температурой 25<sup>0</sup>С на 24 ч, после чего образцы быстро вынимают и взвешивают, определяя степень уменьшения или увеличения массы, т.е. степени сорбции и десорбции проб.

Затем по полученным данным путем графической интерполяции устанавливают  $\alpha_w$  образца, т.е. величину, при которой наступает равновесное состояние между раствором и образцом без изменения массы последнего.

Представленная методика достаточно проста, надежна и доступна любой исследовательской лаборатории.

### 3.5 Белок

Белки – высокомолекулярные азотсодержащие органические соединения, молекулы которых построены из остатков аминокислот.

В природе существует примерно от  $10^{10}$  до  $10^{12}$  различных белков, содержание которых в биологических объектах зависит от ряда факторов – климатических условий, урожайности, биологических особенностей. Белки в питании человека занимают особое место. Они выполняют ряд специфических функций, свойственных только живой материи. Белковые вещества наделяют организм пластическими свойствами, заключающимися в построении структур субклеточных включений (рибосом, митохондрий и т.д.), и обеспечивают обмен между организмом и окружающей внешней средой. В обмене веществ участвуют как структурные белки клеток и тканей, так и ферментные и гормональные системы. Белки регулируют и координируют все то многообразие химических превращений в организме, которое обеспечивает функционирование его как единого целого.

Эффективность обмена белков в значительной степени зависит от количественного и качественного состава пищи. При поступлении белков (с пищей) ниже рекомендуемых норм, в организме начинают распадаться белки тканей (печени, плазмы крови и т.д.), а образующиеся аминокислоты – расходоваться на синтез ферментов, гормонов и других, необходимых для поддержания жизнедеятельности организма, биологически активных соединений. Повышенное содержание белков в составе пищи значительного влияния на обмен веществ в организме человека не оказывает, при этом избыток продуктов азотистого обмена выводится с мочой.

Состояние белкового обмена в большей степени зависит от недостатка или отсутствия незаменимых аминокислот. Клетки организма человека не могут синтезировать необходимые белки, если в составе пищи отсутствует хотя бы одна незаменимая кислота.

Средне суточная физиологическая потребность в белке в течение более чем ста лет постоянно исследуется и периодически отражается в решениях ВОЗ, ФАО и национальных организаций различных стран. Эти величины носят ориентировочный характер, так как они находятся в стадии постоянного уточнения в зависимости от возраста человека, пола, климата, индивидуальных и национальных особенностей и степени загрязнения окружающей среды. В соответствии с рекомендациями ВОЗ и ФАО величина оптимальной потребности в белке составляет 60-100 г в сутки или 12-15 % от общей калорийности пищи. В пересчёте на 1 кг массы тела потребность белка в сутки для детей, в зависимости от возраста, колеблется от 1,05 до 4,00 г.

По своему строению белки представляют собой высокомолекулярные соединения, состоящие из аминокислот. Соединенные амидной (пептидной) связью (-CO - NH) аминокислоты образуют полипептиды простого (протеина) и сложного (протеида) строения. В состав протеидов дополнительно входят небелковые вещества (липиды, углеводы и т.д.).

Известно, что в состав белков входят двадцать различных аминокислот, причем восемь из них не могут синтезироваться в организме человека и поэтому являются незаменимыми (валин, изолейцин, лейцин, лизин, метионин, треонин, триптофан, фенилаланин).

Полузаменимые аминокислоты синтезируются в организме, но в недостаточном количестве, поэтому частично должны поступать с пищей. К таким аминокислотам относятся аргинин, тирозин, гистидин (последняя аминокислота не синтезируется в организме детей).

Заменимые аминокислоты синтезируются в организме в достаточном количестве. Они представлены девятью аминокислотами, хотя некоторые из них можно отнести к условнозаменимым (например, тирозин образуется в организме только из фенилаланина и при поступлении последнего в недостаточном количестве может оказаться незаменимым; цистин и цистеин могут образовываться из метионина, но необходимы при недостатке этой аминокислоты).

В среднем белковые молекулы содержат (50-54) % углерода; (15-18) % азота; (20-23) % кислорода; (6-8) % водорода и (0,3-2,5) % серы.

Несмотря на огромное разнообразие аминокислотного состава белков, каждому индивидуальному белку характерен только для него строго определенный аминокислотный состав, что обусловлено генетическим кодом, сформированным в процессе эволюции.

Все протеиногенные аминокислоты являются,  $\alpha$  – аминокислотами с характерной для них общей структурной особенностью – наличием карбоксильной и аминной групп, связанных с атомом углерода в  $\alpha$  – положении.

Часть структуры всех аминокислот одинакова, однако функциональная группа (R – остаток) не одинаков по структуре, электрическому заряду и растворимости. От соответствующего сочетания этих групп зависят свойства белковых молекул.

В зависимости от химических свойств R-групп все протеиногенные аминокислоты подразделяются на четыре основных класса:

- неполярные (гидрофобные);
- полярные;
- отрицательно заряженные;
- положительно заряженные.

По своей стехиометрической конфигурации все аминокислоты, за исключением глицина, имеют ассиметричный атом углерода в  $\alpha$  – положении, с которым связаны четыре разные группы (радикал, атом водорода, карбоксильная группа и аминогруппа). Таким образом, аминокислоты обладают оптической активностью (дисперсией оптического вращения).

Присутствие аминокислот, содержащих основные ( $-NH_2$ ) и кислые ( $-COOH$ ), обуславливает амфотерные (амфолитные) свойства. Они обуславливают высокую буферность водных растворов белков, а следовательно, постоянное значение рН живой клетки. Эти свойства положены в основу методов разделения, идентификации и количе-

ственного анализа аминокислот, нашедших широкое использование при определении аминокислотного состава в белковой молекуле.

В таблице 3.1 приведены свойства протеиногенных L-  $\alpha$ -аминокислот. Свойства аминокислот определяют функциональные свойства белков, под которыми принято понимать физико-химические характеристики, определяющие их поведение при переработке в пищевые продукты, а так же обеспечивающие желаемую структуру, технологические и потребительские свойства пищевых продуктов.

Эта область научных интересов имеет центральное значение для развития технологии переработки белка в новые формы пищи.

Таблица 3.1- Физико-химические свойства протеиногенных L-  $\alpha$ - аминокислот

Название (тривиальное и рациональное)	Сокращённое обозначение	Удельное вращение в водном растворе 25°C [ $\alpha$ ] <sub>д</sub>	Константа кислотной диссоциации			Изоэлектрическая точка pI	Растворимость при 25°C, г на 100г воды
			pK <sub>1</sub>	pK <sub>2</sub>	pK <sub>3</sub>		
1	2	3	4	5	6	7	8
<b>1. Моноаминокарбоновые</b>							
1.1. Глицин ( $\alpha$ -аминоуксусная)	Gly	-	-	-	-	5,970	24,990
1.2. Аланин ( $\alpha$ -аминопропионовая кислота)	Ala	+ 1,8	2,35	9,87	-	6,000	16,510
1.3. Валин ( $\alpha$ -аминоизовалериановая кислота)	Val	+ 6,6	2,32	9,62	-	6,000	7,040
1.4. Лейцин ( $\alpha$ -аминоизокапроновая кислота)	Leu	- 11,0	2,36	9,60	-	6,000	0,990
1.5. Изолейцин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -метил- $\gamma$ -валериановая кислота)	Ile	+ 12,4	2,26	9,62	-	5,900	2,230

новая кислота)							
----------------	--	--	--	--	--	--	--

## Продолжение таблицы

Название (тривиальное и рациональное)	Сокращённое обозначение	Удельное вращение в водном растворе 25°C [ $\alpha$ ] <sub>д</sub>	Константа кислотной диссоциации			Изоэлектрическая точка pI	Растворимость при 25°C, г на 100г воды
			pK <sub>1</sub>	pK <sub>2</sub>	pK <sub>3</sub>		
1.6. Тирозин	Tyr	+ 11,8	2,20	9,21	10,16	7,300	0,035
1.7.Фенилаланин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -фенилпропионовая кислота)	Phe	- 34,5	2,20	9,31	-	3,500	1,420
<b>2.Моноаминодикарбоновые</b>							
2.1.Аспарагиновая ( $\alpha$ -аминоянтарная кислота)	Asp	+ 6,7	1,88	3,65	9,00	2,800	0,500
2.2.Лизин ( $\alpha$ , $\epsilon$ -диаминокарбоновая кислота)	Lys	+ 13,5	2,20	8,90	10,28	9,700	-
2.3.Аргинин ( $\alpha$ -амино- $\delta$ -гуанидо-валериановая кислота)	Arg	12,5	2,18	9,09	13,20	10,90	-
<b>3.Гидрокислоты</b>							
3.1.Серин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -оксипропионовая кислота)	Ser	- 7,9	2,21	9,35	-	5,700	5,030
3.2.Треонин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -оксимасляная кислота)	Thr	-28,5	2,15	9,12	-	5,800	20,500

## Продолжение таблицы

Название (три- виальное и раци- ональное)	Со- кра- щён- ное обоз- наче- ние	Удель- ное враще- ние в водном раство- ре 25°C [ $\alpha$ ] <sub>д</sub>	Константа кислот- ной диссоциации			Изо- элек- три- че- ская точка pI	Раств ори- мость при 25°C, г на 100г воды
			pK <sub>1</sub>	pK <sub>2</sub>	pK <sub>3</sub>		
<b>4.Тиаминокислоты</b>							
4.1.Цистеин ( $\alpha$ - амино- $\beta$ -мер- капто-пропио- новая кислота)	Cys	-16,5	1,71	8,33	10,78	5,000	-
4.2.Цистеин (3,3- ди-тио-бис-2ами- нопропионовая кислота	(Cys) 2	1,4	2,01	8,02	5,00	0,011	-
4.3.Метионин ( $\alpha$ - амино- $\gamma$ -ме- тил-меткапто- масляная кисло- та)	Met	- 10,0	2,28	9,21	-	5,700	3,350
<b>5.Гетероциклические аминокислоты</b>							
5.1.Триптофан ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -ин- долилпропи-о- новая кислота)	Trp	- 33,7	2,38	9,30	-	5,900	1,140
5.2.Гистидин ( $\alpha$ - амино- $\beta$ -имида- золилпропионо- вая кислота)	His	- 38,5	1,78	5,97	8,97	7,00	4,290
5.3.Пролин (пирролидин- $\alpha$ - карбоновая кис- лота)	Pro	- 86,2	1,99	10,0	-	6,300	12,300

Продолжение таблицы



Название (три-виальное и рациональное)	Со-кращённое обозначение	Удельное вращение в водном растворе 25°C [ $\alpha$ ] <sub>д</sub>	Константа кислотной диссоциации			Изоэлектрическая точка pI	Растворимость при 25°C, г на 100г воды
			pK <sub>1</sub>	pK <sub>2</sub>	pK <sub>3</sub>		
5.4.Гидроксипролин ( $\alpha$ -гидроксипирролидин- $\beta$ -карбоновая кислота)	Нур	- 59,6	1,82	9,65	-	5,800	36,110

Исследование белковых фракций современными методами (хроматография, электрофорез, ультрацентрифугирование, полярография) показали, что они являются гетерогенными и состоят из субфракций, компонентов и субкомпонентов.

Белковые фракции сортов, их биотипов различаются по числу субфракций, компонентов и их соотношению. Субфракции и компоненты имеют специфический аминокислотный состав.

Все методы определения белковых веществ основаны на свойствах и составе белокобразующих аминокислот. Классификация методов представлена на рисунке 3.2

Присутствие белка в пищевых объектах устанавливается с помощью *качественных реакций*, которые условно разделяют на две группы: цветные реакции и реакции осаждения.

Среди первой группы наиболее распространёнными реакциями является биуретовая реакция на пептидную (амидную) связь (реакция Пиотровского) и нингидриновая реакция на  $\alpha$  – аминокислоты, а также специфические, обусловленные присутствием в белках остатков определённых аминокислот. По результатам специфических реакций ориентировочно можно судить о пищевой ценности белков.

Суть реакции Пиотровского состоит в том, что благодаря присутствию в молекуле белка пептидной связи (-CO-NH-) амидная связь реагирует с раствором гидроксида меди, жидкость окрашивается в фиолетово-синий или фиолетово-красный цвет.

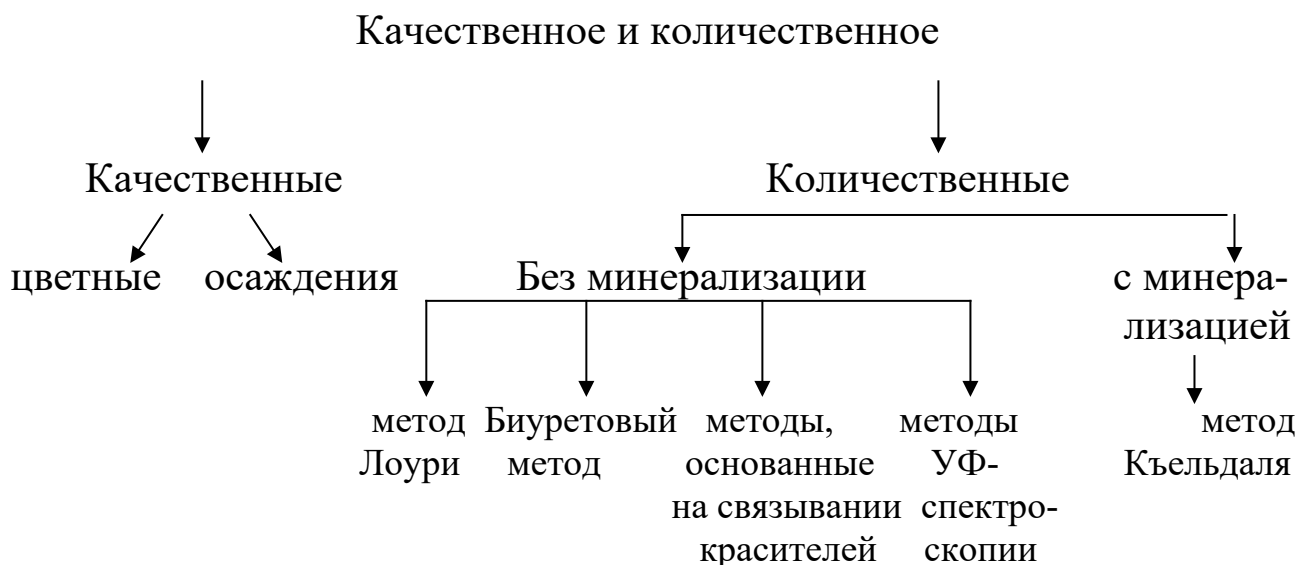


Рисунок 3.2 – Методы определения белка

Для наблюдения реакции в пробирки наливают по 1-2 см<sup>3</sup> белка с равным количеством 4 % раствора щёлочи и добавляют 1-2 капли 0,5% раствора медного купороса.

Реакцию дают все белки, а так же продукты их гидролиза -пептоны и пептиды, начиная с тетрапептидов.

Другой качественной реакцией на белки, содержащие α – аминокислоты является нингидриновая реакция. Нингидрин в концентрации 0,1 % реагирует с равным объёмом раствора белка NH<sub>2</sub>- группами, содержащимися в α – положении при нагревании с последующим охлаждением придаёт системам синее окрашивание.

Существуют также частные реакции на белки, связанные с присутствием фенольных и гетероциклических групп.

Во второй группе реакций белки осаждают действием солей, органических растворителей, концентрированных кислот, щелочей, ионов тяжёлых металлов, температуры и в изоэлектрической точке. Белки в растворённом состоянии крайне неустойчивы, поэтому при добавлении органических растворителей (спирт, ацетон), концентрированных растворов нейтральных солей щелочных металлов и воздействий физических факторов (нагревание, облучение, ультразвук) гидратная оболочка разрушается и они выпадают в осадок.

Так как белковые вещества сырья (муки, крупы, молока, мяса), включая ферменты, часто являются определяющими в обеспечении качества пищевых изделий, то для изучения физико-химических, биохимических и физиологических свойств этих соединений обязательным условием является получение белков в индивидуальном и, по

возможности, неденатурированном состоянии. Белки обычно теряют природные (нативные) свойства (растворимость, гидратацию, ферментативную активность и т.д.), подвергаясь денатурации под влиянием различных факторов.

Наиболее распространёнными *количественными методами* являются метод Кьельдаля, Лоури с реактивом Фолина, Войвуда в модификации Т.А. Глагоревой, К.А. Мерка.

Содержание белка в пищевых объектах обычно определяют по количеству азота с использованием метода Кьельдаля. С целью упрощения и сокращения длительности анализа этот метод с момента его разработки (1983) неоднократно модифицировался с применением различных катализаторов и условий минерализации. На основе модифицированных методов созданы высокопроизводительные автоматические анализаторы типа «Кьельфос», стоимость определения содержания белка на которых и сегодня остаётся высокой.

Метод основан на минерализации навесок при нагревании с концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов. Аммиак отгоняют в раствор борной кислоты и оттитровывают его 0,1н. раствором серной кислоты. Объём кислоты, пошедший на титрование, умножают на титр по азоту и узнают содержание азота в пробе.

Химическая реакция аммиака с борной кислотой идёт с образованием метаборной кислоты из ортоборной ( $\text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{HBO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ ). Сама борная кислота очень слабая и не оказывает влияния на концентрацию ионов водорода. Реакция идёт следующим образом:  $\text{NH}_3 + \text{HBO}_2 = \text{NH}_4^+ + \text{BO}_2^-$ . Полученный в результате анион  $\text{BO}_2^-$  оттитровывают раствором кислоты; при этом происходит восстановление протона в боррат-анион (основание):  $\text{H}^+ + \text{BO}_2^- = \text{HBO}_2$ . Анион  $\text{BO}_2^-$  является сильным основанием и, следовательно, его можно титровать сильной кислотой.

Существует и некоторая условность в методе Кьельдаля при расчёте количества белка, заключающаяся в использовании переводного коэффициента. Однако, несмотря на недостатки, метод Кьельдаля является унифицированным, он включён в ГОСТы на многие пищевые продукты.

Для перевода количества азота в содержание белка используют коэффициент 6,25. Принят он потому, что большинство белков содержит 16 % азота ( $100:6,25 = 16$ ). Однако более правильным является использование коэффициентов, соответствующих фактическому со-

держанию сырого белка в каждом его виде. Так, для пшеницы получен коэффициент 5,7, так как её белки содержат 17,5 % азота. Для других белковых ресурсов коэффициенты перевода приняты следующими: 5,7 – рожь, ячмень, овёс, семена подсолнечника; 5,8 – соя; 6,25 – кукуруза, мясо; 6,38 – молоко.

Колориметрический метод определения белка (Метод Лоури) основан на реакции белков с реактивом Фолина, дающей синее окрашивание. Интенсивность окраски определяют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (или на спектрофотометре при длине волны 750 нм). Количество белка в растворе находят по калибровочной кривой. Метод применяют для определения белка в растворах с концентрацией от 10 до 100мкг.

В основе биуретового метода лежит биуретовая реакция. По оптической плотности с использованием калибровочных графиков находят концентрацию белка в растворах. Этот метод определения белка требует для выполнения доступных реактивов и используется для определения белков в растворах, в том числе предназначенных для электрофореза.

Имеются различные методы определения азота, такие как метод Дюма, нейтронно-активационный и с фенолятгипохлоридом на приборе «Техникон». Принцип метода Дюма заключается в разложении органического соединения в атмосфере оксида углерода до газообразного состояния с последующим измерением объёма азота (N<sub>2</sub>). В нейтронно-активационном методе атомы азота образца бомбардируются нейтронами в ядерном реакторе с получением изотопа <sup>13</sup>N. Содержание белка рассчитывают по количеству гамма-лучей.

Широкое распространение получил метод инфракрасной спектроскопии, в основе которого лежит поглощение белками света с определённой длиной волны и измерение интенсивности его отражения в пробах анализаторах. Приборы калибруют по образцам зерна (эталонам) с известным содержанием белка, определяемым по методу Кьельдаля.

Известны методы количественного определения белка, основанные на различной степени помутнения (нефелометрический метод), способности белков адсорбировать красители (кумасси синий R-250, амидочёрный и др.) и преломлять лучи света (по показателю преломления). Они характеризуются высокой точностью и простотой определения, хотя имеют ряд ограничений. Наиболее удобными являются методы с кумасси синим, биуретовый и Лоури.

Массовую долю белка определяют также колориметрическим методом, который основан на способности белков при рН ниже изоэлектрической точки связывать кислые красители вследствие образования нерастворимого комплекса. При этом интенсивность окраски раствора уменьшается обратно пропорционально количеству белка. После удаления нерастворимого комплекса измеряют оптическую плотность раствора оставшегося красителя и по градуировочному графику определяют массовую долю белка.

Определение массовой доли белков методом формольного титрования. Этот метод применяют для контроля массовой доли белка в молоке кислотностью не более 22°С. Он основан на реакции щелочных аминогрупп белка с формалином, в результате которой высвобождаются карбоксильные кислые группы белка. При этом повышается титруемая кислотность молока. По приросту которой определяют массовую долю белка в молоке.

Для определения массовой доли белка в молоке применяют также рефрактометрический метод. Он основан на изменении показателей преломления молока и безбелковой молочной сыворотки, полученной из того же образца молока, разность между которыми пропорциональна массовой доле белка в молоке.

При изучении физико-химических свойств белков и их превращении в пищевых системах широко используют методы фракционирования и очистки от небелковых соединений. Они основаны на различии таких свойств белков, как размер молекул, растворимость заряд и сродство к специфическим химическим группам.

Общая схема операций по выделению белков сводится к измельчению биологического материала (гомогенизации), экстрагирования и собственно выделению, то есть очистки и получению белка в индивидуальном состоянии.

Осаждение белков из раствора под действием солей щелочных и щелочноземельных металлов называют высаливанием. Для высаливания чаще применяются сульфат аммония, под влиянием которого белки, как правило, сохраняют растворимость и ферментативную активность.

Глобулины выпадают в осадок при 50 % насыщении, альбумины при 100 % насыщении растворов солей, а при ступенчатом фракционировании (20-100 % насыщения) выпадают белки и других классов (проламины, глютелины).

В практике выделения и очистки белков используются различные типы хроматографии: адсорбционная, распределительная, ионообменная и хроматография по сродству.

Адсорбционная хроматография основана на различиях в полярности белков. В колонке вместе с буферным раствором упаковывают адсорбент, на который в небольшом объёме растворителя наносят исследуемый образец. Компоненты разделяемой смеси адсорбируются, затем элюируются с помощью буферного раствора с увеличивающейся концентрацией или полярностью. Фракции белка собирают с помощью автоматического коллектора фракций.

В распределительной хроматографии, в отличие от адсорбционной, в качестве неподвижной фазы выступает водный слой, удерживаемый твёрдой фазой (силикагель, бумага). Разделяемые вещества многократно распределяются между водным слоем и движущейся фазой растворителя и с разной скоростью перемещаются по длине колонки или бумаге. Распределительную хроматографию на бумаге часто используют для анализа пептидов и аминокислот. Адсорбентом служат нити целлюлозы, а растворителем – смесь органических растворителей, например: бутиловый спирт – уксусная кислота – вода. Хроматограмму проявляют, высушивают и анализируют местонахождение разделяемых компонентов тем или иным способом.

Методом ионообменной хроматографии белки или аминокислоты разделяют на основе различий в общем заряде молекул. Если белок в нейтральной среде (рН 7) имеет положительный заряд, то он связывается на колонке с ионообменником, содержащим фенольные, сульфо- и карбоксильные группы (катионообменник). Чаще всего для фракционирования белков используют производные полистерола и целлюлозы.

Положительно заряженный белок снимается с колонки с помощью раствора хлористого натрия или изменением рН элюирующего буфера. При этом ионы натрия конкурируют с положительно заряженными группами белков. Белки с меньшим положительным зарядом вымываются с колонки первыми, с большим зарядом – последними.

Хроматография по сродству (аффинная хроматография) основана на принципе избирательного связывания белков со специфическими веществами (лигандами) прикрепленными к носителю. Лиганды (глюкозу) ковалентно присоединяют к носителю (проводя иммобилизацию) и наносят на колонку исследуемую белковую смесь. Несвя-

завшиеся белки удаляют соответствующим буфером, а нужный белок элюируют раствором, содержащим лиганд в очень высокой концентрации. При этом присоединённые к колонке остатки глюкозы в молекуле белка замещаются на глюкозу, находящуюся в растворе.

Гель-фильтрация, или метод молекулярных сит заключается в пропускании белков через колонку с гелем сефадекса или других типов (агарозных, полистирольных). Применяются также пористые стеклянные шарики и пористый кварц (порасил).

Принцип методов электрофоретического разделения заключается в способности молекул пептидов и аминокислот, находясь в заряженной форме в виде катионов (+) или анионов (-), передвигаться в электрическом поле с определённой скоростью.

Очень высокую разрешающую способность имеет метод изоэлектрического фокусирования белков, в основе которого лежит фронтальный электрофорез, проводимый на колонке одновременно в градиенте pH и напряжения.

В организме синтезируется только часть аминокислот, другие должны доставляться с пищей. Первые из них называются заменимыми, вторые незаменимыми. Заменимые аминокислоты способны заменять одна другую в рационе, так как они превращаются одна в другую или синтезируются из промежуточных продуктов углеводного или липидного обмена.

Жизнедеятельность человека обеспечивается ежедневным потреблением с пищей сбалансированной смеси, содержащей восемь незаменимых аминокислот и две частичнозаменимые. Незаменимые представлены аминокислотами с разветвлённой цепью углерода – лейцином, изолейцином и валином, ароматическими – фенилаланином, триптофаном и алифатическими – треонином, лизином и метионином. К частичнозаменимым относят аргинин и гистидин, так как в организме они синтезируются довольно медленно.

Важным понятием, характеризующим качество поступающего в организм белка, является *биологическая ценность*, то есть наличие незаменимых аминокислот и степень их усвоения. Чем ближе потребляемый белок по аминокислотному составу подходит к составу белков организма, тем выше его биологическая ценность.

Изучение химического состава пищевых продуктов, закономерностей метаболических превращений в организме каждого из многочисленных белковых веществ, входящих в состав продукта, выявление их участия в жизнедеятельности, а также интегрального биологи-

ческого эффекта, привело к возникновению научных представлений о *биологической ценности*, под которой понимают относительную степень задержки азота пищи или эффективность его утилизации для поддержания азотистого равновесия, зависящая от аминокислотного состава и других структурных особенностей белков. Таким образом, термин «биологическая ценность» отражает качество белковых компонентов продукта, связанных как с перевариванием белка, так и со степенью сбалансированности его состава. Биологическая ценность может быть определена химическими и биологическими методами (например, с использованием тест-организмов).

Основываясь на понятии биологической ценности как степени соответствия состава пищи физиологическим потребностям организма, разработаны некоторые принципы биологической оценки качества продуктов питания.

Большинство исследований пришло к единому мнению, что биологическую ценность белков, независимо от использованного варианта проведения эксперимента или метода её расчёта необходимо выражать не в абсолютных, а в относительных величинах (в процентах) то есть в сравнении с аналогичными показателями, полученными с применением стандартных белков.

*Химические методы* исследования биологической ценности белков разрабатывались на основании результатов изучения состава белков в пищевых продуктах и установленной связи между степенью задержки азота, пищевого белка в живом организме и наличием в нём незаменимых аминокислот.

Наиболее широко используется метод Х. Митчела и Р. Блока, в соответствии с которым рассчитывается показатель аминокислотного сора (а.с.). Скор выражают в процентах или безразмерной величиной, представляющей собой отношение содержания аминокислот (а.к.) в исследуемом белке к её количеству в эталонном белке. При расчёте сора формула выглядит следующим образом:

$$\text{Аминокислотный скор} = \frac{\text{мгАКв1гбелка}}{\text{мгАКв1гэталона}} \cdot 100, \quad (3.8)$$

Аминокислота, скор которой имеет самое низкое значение, называется лимитирующей аминокислотой.

Таблица 3.2 Содержание аминокислот в 1 г идеального белка

Аминокислота	Содержа-	Аминокислота	Содержа-
--------------	----------	--------------	----------



	ние, мг		ние, мг
Изолейцин	40	Фенилаланин+тирозин	60
Лейцин	70	Треонин	40
Метионини + цистин	35	Триптофан	10
Валин	50	Всего	360

Другой метод определения биологической ценности белков заключается в определении индекса незаменимых аминокислот (ИНАК). Метод представляет собой модификацию метода аминокислотного скоря и позволяет учитывать количество всех незаменимых кислот. Индекс рассчитывают по формуле:

$$\text{ИНАК} = \sqrt[n]{\frac{\text{Лиз}_6}{\text{Лиз}_3} \times \frac{\text{Три}_6}{\text{Три}_3} \times \dots \times \frac{\text{Гис}_6}{\text{Гис}_3}}, \quad (3.9)$$

где  $n$  – число аминокислот;

индексы б, э – содержание аминокислоты в изучаемом и эталоном белке соответственно.

Известны и другие химические методы, которые основаны на исследовании аминокислотного состава белка с последующим расчётом индексов биологической ценности (индексы Озера, Митчела, Корпачи).

Вышеперечисленные методы индексов и скоря по стандарту, не позволяют учитывать одну из важнейших характеристик биологической ценности белка, а именно, доступность усвоения в организме аминокислот, входящих в его состав. Например, количество доступного лизина является в настоящее время наиболее ценным показателем «технологического» снижения биологической ценности белков. В литературе описаны различные способы определения доступного лизина в белковых продуктах: химические, биологические и микробиологические.

Особый интерес вызывают у исследователей такие методы определения биологической ценности белков, в которых в какой либо степени имитируются условия пищеварения в организме человека. Метод ферментативного переваривания белков протеолитическими ферментами желудочно-кишечного тракта применяется для изучения скорости расщепления белков, находящихся в составе различных пищевых продуктов.

Для изучения биологической ценности белков наибольшее применение получили биологические методы исследования, результаты которых служат основой для сравнения с данными, полученными при использовании химических методов.

*Биологические методы* основаны на скармливании изучаемого белка живому организму с последующим выявлением его реакции. Основными показателями оценки при этом являются привес (рост животных) за определённый период времени, расход белка и энергии на единицу привеса, коэффициенты перевариваемости и отложения азота в теле, доступность аминокислот. Биологические методы исследования биологической ценности белков можно классифицировать на росто-весовые и балансовые. Эти методы широко используют для определения различных индексов биологической ценности белков.

*Росто-весовые* методы основаны на учёте прибавки веса тела на единицу потреблённого белка за определённое время.

Наибольшее распространение получили, разработанные П.О. Сборном, методы определения коэффициента эффективности белка (КЭБ или PER), которым определяют прибавку веса тела на один грамм потреблённого белка за экспериментальный период. Для сравнения при определении показателя используют контрольную группу животных со стандартным белком – казеином. В количестве, обеспечивающем в рационе 10% белка. Методика определения КЭБ признана оригинальной в ряде стран (США, Канада).

*Балансовые* методы исследования биологической ценности белка основаны на определении различных реакций организма на потребляемый белок. Методы определения биологической ценности белков, основанные на данных балансовых исследований, считают наиболее точными из всех предложенных.

В настоящее время в исследовательских целях используют метод с реснитчатой инфузорией *Tetrahimena pyriformis*. Метод был разработан S.A. Stott и H. Smith.

Однако наибольшее распространение получил модифицированный метод определения относительной биологической ценности. В отличие от общепринятого метода Стотта и Смита предлагаемый метод значительно проще и дешевле, производительнее и легко доступен любым лабораториям, которые имеют самый необходимый минимум для проведения микробиологических исследований. Модификация сводится к следующему:

1. Используемые в анализе витамины и нуклеотиды заменяются дрожжевым экстрактом, а соли – морской солью.

2. В 10 раз уменьшается количество всех компонентов анализа (величина навески исследуемого продукта, объём инокулята и т.д.).

3. Вместо специальных плоскодонных колб Элрленмеера, занимающих много места в термостате, что существенно ограничивает производительность анализа, используются флаконы из-под антибиотиков с резиновой пробкой, имеющей срез внутреннего валика для аэрации среды. Флаконы размещают в штативе, что значительно облегчает все манипуляции с пробами.

4. Используемый в заключительной стадии опыта раствор формалина для фиксации инфузорий вносится непосредственно во флаконы и из них уже берётся взвесь для подсчёта клеток.

Сущность метода заключается в термостатировании флаконов микрофлоры с исследуемыми образцами продуктов (мясных, овощных, молочных и др.) и фиксируют инфузории йодноспиртовым раствором или раствором формалина. Относительная биологическая ценность продукта определяется отношением числа выросших на опытном продукте к числу инфузорий, выросших на контрольном продукте, умноженном на 100.

Изложенный выше метод был использован для определения биологической ценности пищевых продуктов прошедших тепловую обработку и некоторой готовой продукции. Полученные данные позволили предложить ряд рекомендаций для рационализации технологических процессов производства продуктов.

Результаты исследований по определению влияния способов тепловой обработки на биологическую ценность овощей приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 - Влияние тепловой обработки на биологическую ценность овощей

Наименование продукта	Общий азот в % (на абсолютно сухое вещество)	ОБЦ по отношению к внутреннему стандарту	Потери в % по отношению к внутреннему стандарту
Капуста белокочанная			
свежая сырая	2,73	100,0	-
варёная	2,16	129,97	29,57
варёная с солью	2,25	122,57	22,57
тушёная	1,75	125,84	25,84
тушёная с солью	2,20	112,94	12,94
Капуста квашенная			
сырая	2,57	94,66	5,34
варёная	2,20	125,51	25,51
тушёная	2,49	92,84	7,16
Картофель			
сырой очищенный	1,75	100,0	-
варёный целым клубнем в воде	1,30	121,36	21,36
варёный на пару	1,24	137,76	37,70
варёный в кожце в воде	1,4	108,51	8,51

### 3. 6 Липиды

Липидами (от греч. *lipos* – жир) называют сложную смесь органических соединений с близкими физико-химическими свойствами, которая содержится в растениях, животных и микроорганизмах. Липиды широко распространены в природе и вместе с белками и углеводами составляют основную массу органических веществ всех живых организмов, являясь обязательным компонентом каждой клетки. Они широко используются при получении многих продуктов питания, являются важными компонентами пищевого сырья, полуфабрикатов и готовых пищевых продуктов, во многом определяя их пищевую и биологическую полноценность и вкусовые качества.

Липиды не растворимы в воде (гидрофобны), хорошо растворимы в органических растворителях (бензине, диэтиловом эфире, хлороформе и др.).

В растениях липиды накапливаются главным образом, в семенах и плодах. Ниже приведено содержание липидов (%) в разных культу-

рах: арахис (ядро) – 50-68; какао (бобы) – 49-57; подсолнечник – 30-58; соя (семена) – 15-25; кукуруза – 5,6; гречиха – 3,8; рис – 2,9; пшеница – 2,7.

У животных и рыб липиды концентрируются в подкожных, мозговой и нервных тканях и тканях, окружающих важные органы (сердце, почки). Содержание липидов в тушке рыбы (осетров) можно достигать 20-25 %, сельди – 10 %, у туш наземных животных оно сильно колеблется: 33 % (свинина), 9,8 % (говядина), 3,0 % (поросята). В молоке оленя – 17-18 %, козы – 5,0 %, коровы – 3,5-4,0 %. Содержание липидов в отдельных видах микроорганизмов может достигать 60 %.

По химическому строению липиды являются производными жирных кислот, спиртов, альдегидов, построенных с помощью сложноэфирной, простой эфирной, фосфоэфирной, гликозидной связей. Липиды делят на две основные группы: простые и сложные липиды. К простым нейтральным липидам (не содержащим атомов азота, фосфора, серы) относят производные высших жирных кислот и спиртов, глицериды, воски, эфиры холестерина, гликопептиды и другие соединения. Молекулы сложных липидов содержат в своём составе не только остатки высокомолекулярных карбоновых кислот, но и фосфорную или серную кислоты.

В определении содержания жира в сырье и готовой продукции чаще всего используют методы, приведённые ниже.

*Метод Гербера* используют при определении жира в полуфабрикатах из мяса (мясной фарш, полуфабрикаты из котлетной массы), творога, в кулинарных изделиях, мучных кондитерских изделиях, молока и молочных продуктах, сухих продуктах детского и диетического питания.

Метод основан на разрушении белков исследуемого продукта концентрированной серной кислотой и растворении жира в изоамиловом спирте. Образующийся в реакции изоамилового спирта с серной кислотой сложный эфир растворяется в ней, что способствует выделению жира. Полученную смесь центрифугируют в жиromeрах (бутиролитрах). Отделившийся жировой слой собирается в градуированной части жиromeра и отсчитывается там.

Определение жира проводят в молочных или сливочных жиromeрах, отличающихся размером и градуировкой. Объём деления в молочных жиromeрах равен 0,1 % или 0,011332 жира в продукте. В сливочных жиromeрах объём двух делений соответствует 1 % жира в

продукте пр навеске 5 г. Их используют, если содержание жира в продукте превышает 10 %.

*Весовой метод с экстракцией жира в микроизмельчителе.* Метод используется для кулинарных изделий и некоторой продукции консервной промышленности. Жир извлекают из продукта при измельчении последнего в микроизмельчителе. После отгона растворителя высушенный жир взвешивают.

*Рефрактометрический метод* применяют для определения жира в мучных кулинарных, сдобных булочных и мучных кондитерских полуфабрикатах и изделиях, овощных полуфабрикатах, консервированных продуктах.

Метод основан на том, что при растворении жира коэффициент преломления растворителя понижается пропорционально количеству присутствующего жира. По разности между коэффициентом преломления чистого растворителя и раствора жира определяют массовую долю последнего. Чем больше разница между этими коэффициентами, тем точнее определение.

*Метод определения жира с предварительным гидролизом крахмала* используют при определении жира в полуфабрикатах из муки, булочных и мучных кондитерских изделиях (ГОСТ 5899-85). Он основан на извлечении жира растворителем из навески, обработанной предварительно соляной кислотой, удалении растворителя и взвешивании жира.

*Для качественного определения масел* существуют следующие характерные реакции.

*Проба на акролеин.* Две-три капли испытуемого вещества (масло, экстракт после отгонки растворителя) нагревают в пробирке на голом огне с 1,5-2 частями безводного сернокислого натрия. Появление после вспенивания тяжелых белых паров и резкий запах акролеина (чада), вызывающего слезотечение, указывают на наличие масла. Акролеин – непредельный альдегид  $\text{CH}_2=\text{CHCHO}$  – образуется из глицерина при отнятии двух молекул воды. Если пары отвести в пробирку с фуксиносернистой кислотой, то последняя приобретает красную окраску.

*Проба на омыление.* Нагревают 2-3 капли испытуемого вещества в пробирке с 5 см<sup>3</sup> раствора спиртовой щелочи; отгоняют спирт. Оставшийся продукт растворяют в воде (мыло в воде растворимо). Прибавление кислоты до кислой реакции вызывает образование всплывающих на поверхность водного раствора жирных кислот.

*Проба с галоидами.* Эта реакция является характерной для масел, содержащих непредельные жирные кислоты. В пробирку с раствором масла в эфире прибавляют 1-2 капли бромной воды и встряхивают. Быстрое исчезновение желтой окраски бромной воды указывает на присутствие ненасыщенных кислот.

### 3.7 Углеводы

Согласно принятой в настоящее время классификации углеводы подразделяются на три основные группы: моносахариды, олигосахариды и полисахариды.

Углеводы широко распространены в природе, они встречаются в свободной и связанной форме в любой растительной, животной или бактериальной клетке. Углеводы составляют три четверти биологического мира и примерно 60-80 % калорийности пищевого рациона.

Наиболее распространённый углевод – целлюлоза, структурный компонент деревьев и других растений. Главный пищевой ингредиент – крахмал. Моносахариды встречаются в свободном виде в природе в небольших количествах, в основном они присутствуют как структурные единицы полисахаридов, входят в дисахариды и олигосахариды.

Среди моносахаридов широко известными являются глюкоза, фруктоза, галактоза, арабиноза, ксилоза и D – рибоза.

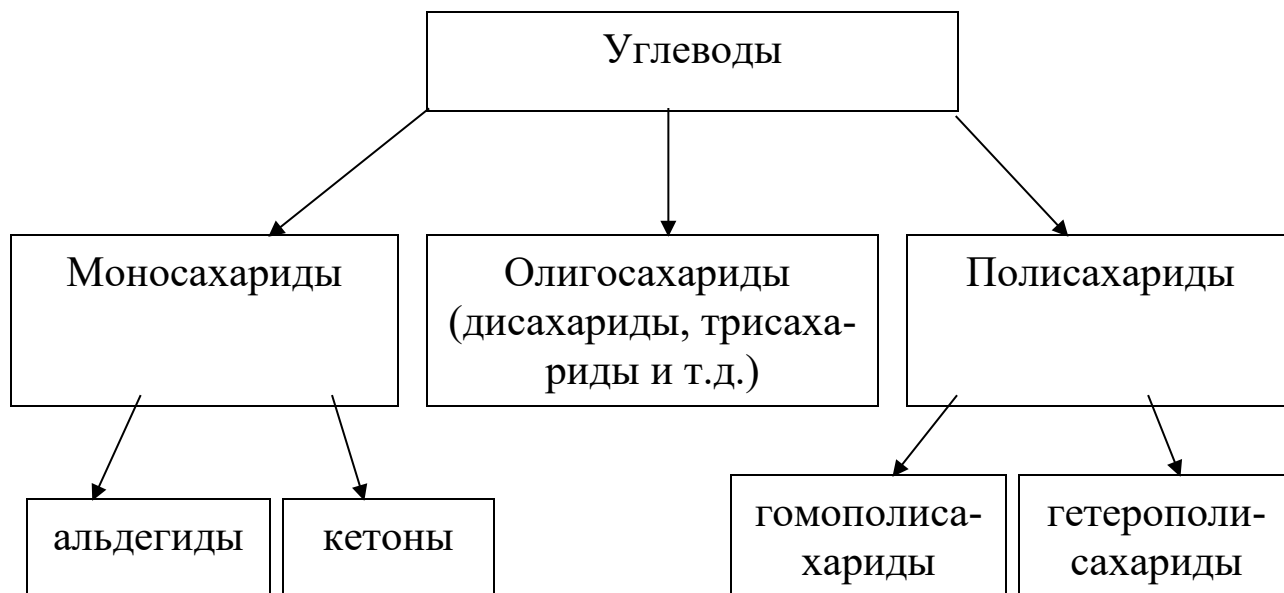


Рисунок 3.2 – Принципиальная классификация углеводов

Глюкоза (виноградный сахар) в свободном виде содержится в ягодах и фруктах (в винограде до 8 %; в сливе, черешне 5-6 %, в мёде 36 %).

Фруктоза (плодовый сахар) содержится в чистом виде в пчелином мёде (до 37 %), винограде (7,7 %), яблоках (5,5 %).

Галактоза - составная часть молочного сахара (лактозы), которая содержится в молоке млекопитающих, растительных тканях и семенах.

Дисахариды – сложные сахара, каждая молекула которых при гидролизе распадается на две молекулы моносахаридов. Среди дисахаридов особенно широко известны мальтоза, сахароза и лактоза.

Пектиновые вещества, содержащиеся в растительных соках и плодах, представляют собой гетерополисахариды, построенные из остатков галактуроновой кислоты. Пектиновые вещества составляют основу гелей.

Для определения *моно- и олигосахаридов* используют их восстанавливающую способность. Сначала их извлекают из пищевых продуктов 80 %-м этиловым спиртом. Спиртовые экстракты упаривают под вакуумом, разбавляют горячей водой и фильтруют. При анализе продуктов, относительно богатых белками и фенольными соединениями, фильтрат дополнительно обрабатывают нейтральным раствором ацетата свинца, избыток которого удаляют сульфатом, фосфатом или оксалатом натрия. Осадок отфильтровывают, а в фильтрате определяют восстанавливающие (редуцирующие) сахара с использованием гексацианоферрата (III) калия, фелинговой жидкости или йодометрически. Для определения сахарозы (вместе с редуцирующими сахарами) её необходимо предварительно гидролизовать.

Качественный и количественный анализ отдельных сахаров проводят методами газо-жидкостной, ионообменной или высокого разрешения жидкостной хроматографией.

Определение *крахмала* основано, как правило, на определении полученной при гидролизе глюкозы химическими методами или на способности полученных растворов вращать плоскость поляризации. Для определения крахмала необходимо предварительно освободиться от моно- и олигосахаридов экстракцией 80 %-ным этанолом. Затем проводят извлечение крахмала из продукта каким-либо способом (например, растворением сначала в холодной, потом в горячей воде) и освобождаются от белков путём обработки раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, ацетатом цинка, гексацианоферратом (III) калия или другими белковыми осадителями. Определение крахмала



проводят, как правило, путём определения глюкозы после ферментативного или кислотного гидролиза. Для расчёта используют соответствующие коэффициенты. Можно применять метод поляриметрии.

Для определения декстринов их извлекают (40°C) водой и осаждают 96 %-м этанолом, проводят гидролиз и определяют глюкозу. Для расчёта используют соответствующие коэффициенты. Можно использовать метод спектрофотометрии, измеряя интенсивность окраски йодокрахмального комплекса.

Общее содержание *пищевых волокон* (лигнин + неусваиваемые углеводы) обычно определяют гравиметрическим методом. Анализ заключается в использовании фракционирования – сначала растворяют крахмал и белки при помощи ферментов, имитирующих расщепление их в желудочно-кишечном тракте человека ( $\alpha$  – амилаза, пепсин, панкреатин), растворимые пищевые волокна осаждают спиртом, фильтруют, осадок взвешивают.

Определение *пектина* основано на извлечении пектина (растворимого пектина и протопектина) из пищевого продукта, осаждении и взвешивании. Для извлечения растворимого пектина применяют экстракцию холодной водой с последующим кипячением. Для извлечения протопектина применяют кипячение с соляной кислотой после извлечения растворимого пектина. Для продуктов, богатых крахмалом, применяют специальные приёмы его отделения. Для осаждения пектина проводят реакцию с хлоридом кальция. Помимо взвешивания можно определять в осадке содержание кальция комплексометрически с трилоном Б и по этим данным рассчитывать содержание пектина.

*Гемицеллюлозы* гидролизуются труднее, чем пектин, их определяют после удаления пектинов. Определение гемицеллюлоз основано на определении восстанавливающих сахаров, полученных при кислотном или щелочном гидролизе. Для расчёта используются соответствующие коэффициенты.

Метод определения *клетчатки* основан на проведении гидролиза легкорастворимых углеводов при соответствующих условиях и получении негидролизуемого остатка, который взвешивают.

Ниже описанные методы определения сахаров, наиболее часто используемые при исследовании сырья и готовой продукции.

*Перманганатный метод Бертрана.* Этот метод основан на окислении сахаров реактивами, в состав которых медь входит в виде растворимого комплексного соединения. Оно образуется при смеси-

вании равных объёмов раствора серно-кислой меди (Фелинг №1) и щелочного раствора калия-натрия винно-кислого (Фелинг №2). При нагревании жидкость Фелинга окисляет редуцирующие сахара, в результате чего окись меди восстанавливается до закиси. Закись меди растворяют кислым раствором железоммонийных квасцов или серно-кислого окисного железа, при этом закись меди восстанавливает серно-кислое окисное железо в серно-кислое закисное железо, которое оттитровывают раствором марганцово-кислого натрия. По объёму марганцово-кислого калия рассчитывают количество восстановленной меди, а затем, пользуясь специальными таблицами, находят количество сахара.

*Цианидный метод.* Данный метод применяют для определения количества хлеба в рубленых полуфабрикатах из мяса (птицы, рыбы); риса в фаршах; муки и манной крупы в творожных изделиях; сахарозы в сладких и вторых блюдах, напитках, лактозы в молочных продуктах.

Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе железосинеродистый калий в железисто-синеродистый.

Окончание процесса окисления редуцирующих сахаров определяют по индикатору, в качестве которого используют метиленовый голубой. В конце реакции он восстанавливается сахарами в бесцветное лейкооснование. Метод можно использовать при концентрации сахаров не менее 0,2 % и не более 2 %.

*Рефрактометрический метод.* Этим методом контролируют содержание сахара в напитках (чае, кофе с сахаром, кофе и какао с молоком), сладких блюдах (киселях, плодово-ягодных, молочных, муссах плодово-ягодных, желе, самбуках), в бисквите и песочных лепёшках, в некоторых кремах. Принцип метода описан ранее.

Для определения сахарозы фруктозы и других кетосахаров в растительных продуктах и сырье используют метод Мак-Рери и Слаттери (1960), основанный на способности кетосахаров давать окраску с резочином в кислой среде.

Количественное определение большинства высокомолекулярных углеводов основано на свойстве их гидролизываться при кипячении с разбавленными (крахмал, гемицеллюлозы) или концентрированными (целлюлоза) минеральными кислотами до конечного продукта – простых сахаров и на учете последних. Многие углеводы обладают оптической активностью, и это свойство также используется

для количественного их определения (крахмал). Очень часто применяются поляриметрические методы с использованием поляриметров различной конструкции. Принцип метода состоит в гидролизе крахмала и определении в гидролизате угла вращения.

Количественное определение пектиновых веществ основано на их свойстве давать окраску с карбазолом. Среди таких методов широко применяют карбазольный метод, который основан на появлении специфического фиолетово-розового окрашивания в результате взаимодействия уроновых кислот с карбазолом в сернокислой среде. При этом образуется 5-карбоксифурфурол, обладающий максимумом поглощения при 535 нм.

Количественное определение каждой из групп полисахаридов затрудняется их растворимостью. Поэтому существует много схем последовательного определения полисахаридов, но ни одну из них нельзя рассматривать как достаточно точную. В большинстве их предварительным кипячением с водой спиртонерастворимого остатка извлекают пектиновые вещества, затем, применяя растворы щелочи различной концентрации, извлекают гемицеллюлозы, затем серной кислотой (также различной концентрации) определяют целлюлозу. В некоторых схемах вместо щелочи для определения гемицеллюлоз применяют обработку разбавленной (2-3%-й) кислотой.

Определение целлюлозы проводят по методу Кюршнера и Ганека. Этот метод основан на окислении, разрушении и растворении различных химических соединений, входящих в состав продуктов, смесью уксусной и азотной кислот. При этом целлюлоза (клетчатка) практически не растворяется, отфильтровывается и взвешивается.

Для *качественного* обнаружения различных углеводов используют некоторые характерные для них реакции. В продуктах в свободном состоянии присутствуют различные сахара – моносахариды и олигосахариды. Благодаря введению в лабораторную практику метода распределительной хроматографии на бумаге удастся легко и сравнительно быстро разделить сложную смесь сахаров на индивидуальные сахара и идентифицировать их.

Для определения моносахаридного состава используется газохроматическое разделение данных смесей на летучие производные.

Для *качественного* определения крахмала используют очень чувствительную реакцию крахмала с йодом (синее окрашивание), применяемую, например, в качестве контроля на полноту гидролиза. Для обнаружения целлюлозы применяют раствор йода в растворах

хлористого цинка и йодистого калия (синее окрашивание), для пектина – окраску с рутением красным или после гидролиза – окраску галактуроновой кислоты карбазолом.

В отдельных случаях требуется получить и другую характеристику полисахаридов, например, определить количество гидроксильных, метоксильных групп, особенности их строения. Для этих целей полисахариды выделяют тем или иным способом, по возможности с сохранением их нативных свойств, и изучают их особенности.

При установлении строения углеводов широко применяется получение метиловых эфиров сахаров. В аналитических и препаративных целях применяется периодатное окисление для определения числа свободных гидроксильных групп, для выделения целевых продуктов окисления, а также для установления структуры полисахаридов, строения гликозидов.

### 3.8 Витамины

Витамины – низкомолекулярные органические соединения различной химической природы, биорегуляторы процессов, протекающих в живом организме. Это важнейший класс незаменимых пищевых веществ. Для нормальной жизнедеятельности человека витамины необходимы в небольших количествах, но так как организм не может удовлетворить свои потребности в них за счёт биосинтеза (он не синтезирует витамина или синтезирует их в недостаточном количестве), они должны поступать с пищей в качестве её обязательного компонента. Из витаминов образуются коферменты или простетические группы ферментов, некоторые из них участвуют в транспортных процессах через клеточные барьеры, в защите компонентов биологических мембран и т.д. Отсутствие или недостаток в организме витаминов вызывает болезни недостаточности: гиповитаминозы (болезни в результате длительного недостатка) и авитаминозы (болезни в результате отсутствия или резко выраженного глубокого дефицита витаминов). Недостаток одного витамина относят к моногиповитаминозам, нескольких – полигиповитаминозам. При гиповитаминозах наблюдается утомляемость, потеря аппетита, раздражительность, нестойкость к заболеваниям, кровоточивость дёсен. При авитаминозах проявляются болезни, вызванные значительным дефицитом витаминов (бери-бери, цинга, пеллагра и др.). По мнению нескольких специалистов, существуют пограничные состояния, при которых в определённых условиях может развиваться дефицит витаминов.

Сейчас известно свыше 13 соединений, относящихся к витаминам. Различают собственно витамины и витаминоподобные соединения (полная незаменимость которых не всегда доказана). К ним относятся биофлавоноиды (витамин Р), пангамовая кислота (витамин В<sub>15</sub>), парааминобензойная кислота (витамин Н<sub>1</sub>), оротовая кислота (витамин В<sub>13</sub>), холин (витамин В<sub>4</sub>), инозит (витамин Н<sub>3</sub>), метилметионинсульфоний (витамин U), липоевая кислота, карнитин.

В отдельных продуктах содержатся провитаминовые соединения, способные превращаться в организме человека в витамины, например, β-каротин, превращающийся в витамин А; эргостеролы, под действием ультрафиолетовых лучей превращаются в витамин Д.

По растворимости витамины могут быть разделены на две группы: водорастворимые (В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub>, В<sub>6</sub>, РР, С и другие) и жирорастворимые (А, Д, Е, К).

В качестве единицы измерения пользуются миллиграммами (1 мг = 10<sup>-3</sup> г), микрограммами (1 мкг = 0,01 мг = 10<sup>-6</sup> г) на 1 г продукта или мг% (миллиграммы витаминов на 100 г продукта) или мкг% (микрограммы витаминов на 100 г продукта).

В то же время имеется группа соединений, близких к витаминам по построению, которые, конкурируя с витаминами, могут занять их место в ферментных системах, но не в состоянии выполнять их функции. Они получили название антивитаминов.

Здоровое питание населения является одним из важнейших условий здоровья нации. Массовые обследования, проведенные Институтом РАМН, свидетельствуют о дефиците витаминов у большей части населения России. Наиболее эффективный способ витаминной профилактики – обогащение витаминами массовых продуктов питания.

Основные группы продуктов питания для обогащения витаминами:

- мука и хлебобулочные изделия – витамины группы В;
- продукты детского питания – все витамины;
- напитки, в том числе сухие концентраты – все витамины, кроме А, Д;
- молочные продукты – витамины А, Д, Е, К;
- фруктовые соки – все витамины, кроме А, Д.

При производстве продуктов питания нормирование и контроль за содержанием витаминов предусмотрены в продуктах, где они добавляются или где необходимо гарантировать их определенное содер-

жание (продукты для детского и диетического питания, лечебные продукты). Добавляемыми и контролируемые витаминами в плодовоовощных консервах являются витамин С и каротин; витамины В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub> определяют при установлении пищевой ценности продукта.

*Витамин С* находится в продуктах в виде аскорбиновой кислоты и дегидроаскорбиновой кислоты; обе формы физиологически активны, поэтому нормируется их суммарное содержание. В свежеприготовленных продуктах преобладает аскорбиновая кислота, поэтому для контроля витамина С используют упрощенные методы. После хранения часть аскорбиновой кислоты окисляется до дегидроаскорбиновой кислоты, а часть разрушается. Для контроля витамина С в таких продуктах используют либо потенциметрический метод с восстановлением дегидроаскорбиновой кислоты  $\alpha$ -цистеином, либо флуориметрический метод.

*Упрощенный метод* основан на извлечении аскорбиновой кислоты раствором соляной кислоты (которая извлекает не только свободную, но и связанную аскорбиновую кислоту) с последующим визуальным или потенциметрическим титрованием ее раствором 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия (краски). Метод применим для продуктов, содержащих более 2 мг аскорбиновой кислоты в 1 кг или 1 дм<sup>3</sup> продукта.

*Флуориметрический метод* определения витамина С основан на взаимодействии дегидроаскорбиновой кислоты с о-фенилендиамином с образованием флуоресцирующего соединения, интенсивность флуоресценции которого пропорциональна концентрации витамина в растворе. Измерение флуоресценции проводят на флуориметре.

Метод определения *каротина* изложен в ГОСТ 8756.22 «Продукты пищевые консервированные. Метод определения каротина». Существующие методы определения каротина дают сумму каротинов-изомеров  $\alpha$ ,  $\beta$  и  $\gamma$ , поэтому правильнее говорить о методе определения содержания каротина.

Метод основан на фотометрическом измерении массовой концентрации каротинов в растворе, полученном после экстрагирования каротинов из продукта органическим растворителем и очищенном от сопутствующих красящих веществ на адсорбционной колонке.

Также используется метод И.К.Мурри – хроматография на колонках, который основан на экстракции ацетоном с последующим хроматографированием на колонке с окисью алюминия.

Из хроматографических методов также используется хроматография на бумаге и тонкослойной хроматографии. Разделение каротиноидов хроматографией в тонких слоях дает возможность выделить изомеры каротина ( $\alpha$ ,  $\beta$ ).

Методы определения *витаминов*  $B_1$  и  $B_2$  изложены в ГОСТ 25999 «Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения витаминов  $B_1$  и  $B_2$ ». Оба метода основаны на флуориметрии.

Начальная стадия анализа в обоих методах одинакова: навеску продукта для высвобождения витаминов подвергают кислотному гидролизу путем кипячения в растворе соляной кислоты, затем ферментативному гидролизу с использованием ферментных препаратов – амилоризина П10Х и пектаваморина П10Х.

При определении витамина  $B_1$  полученный гидролизат очищают катионитом, окисляют в тиохром и измеряют интенсивность флуоресценции при длинах волн 320-390 нм возбуждающего и 400-580 нм излучаемого света.

При определении витамина  $B_2$  в слабоокрашенных овощных, фруктовых и ягодных продуктах в полученном гидролизате проводят окисление пигментов перманганатом калия, затем восстанавливают витамин  $B_2$  гидросульфатом натрия и измеряют интенсивность флуоресценции до и после восстановления при длинах волн 360-480 нм возбуждающего и 510-650 нм излучаемого света.

При определении витамина  $B_2$  в темноокрашенных консервированных продуктах, а также в овощных консервах с мясом и крупами в полученном гидролизате окисляют пигменты перманганатом калия, затем облучают раствор светом электролампы в течение 40 мин (при этом рибофлавин переходит в люмифлавин), экстрагируют люмифлавин хлороформом и измеряют интенсивность флуоресценции при длинах волн 360-480 нм возбуждающего и 510-650 нм излучаемого света.

Для определения витаминов группы В применяют кроме вышеперечисленного люминесцентный анализ. Витамин  $B_1$  не обладает собственной флуоресценцией, но щелочные растворы его легко окисляются с образованием тиохрома, водно-щелочные растворы которого флуоресцируют синим светом с максимумом интенсивности свечения при 460-470 нм.

Для определения этого витамина, навеску продукта подвергают гидролизу. Если в продукте тиамин содержится преимущественно в свободном виде, то ограничиваются кислотным гидролизом. Для

определения связанной формы витамина проводят гидролиз ферментом с сильной диастатической активностью. Из раствора тиамин выделяют адсорбцией на стеклянной хроматографической колонке, заполненной силикагелем, с последующим элюированием витамина из адсорбента кипящим кислым раствором KCl. Затем тиамин окисляют щелочным раствором  $K_3Fe(CN)_6$ .

Спиртовой раствор полученного тиохрома отделяют от воды и измеряют ИЛ с помощью флуорометра, снабженного первичным светофильтром, который пропускает УФ-излучение в диапазоне 320-390 нм, и вторичным фильтром с полосой пропускания 400-580 нм. Содержание тиамина определяют по расчетной формуле.

### 3.9 Минеральные вещества

Роль минеральных веществ в организме человека чрезвычайно разнообразна, несмотря на то, что они не являются обязательным компонентом питания. Минеральные вещества содержатся в протоплазме и биологических жидкостях, играющих основную роль в обеспечении постоянства осмотического давления, что является необходимым условием для нормальной жизнедеятельности клеток и тканей. Они входят в состав сложных органических соединений (например, гемоглобина, гормонов, ферментов), являются пластическим материалом для построения костной и зубной ткани.

В зависимости от количества минеральных веществ в организме человека и пищевых продуктах их подразделяют на макро- и микроэлементы. Так, если массовая доля элемента в организме превышает  $10^{-2}$  %, то его следует считать микроэлементом. Доля микроэлементов в организме составляет  $10^{-3}$ - $10^{-5}$  %. Если содержание элемента ниже  $10^{-5}$  %, его считают ультрамикроэлементом.

К макроэлементам относят калий, натрий, кальций, магний, фосфор, хлор, серу.

Микроэлементы условно делят на две группы: абсолютно или жизненно необходимые (кобальт, железо, медь, цинк, марганец, йод, бром, фтор) и, так называемые, вероятно необходимые (алюминий, стронций, молибден, селен, никель, ванадий и некоторые другие). Микроэлементы называют жизненно необходимыми, если при их отсутствии или недостатке нарушается нормальная жизнедеятельность организма. К наиболее дефицитным минеральным веществам в питании современного человека относятся кальций и железо, к избыточным – натрий и фосфор.



При переработке пищевого сырья, как правило, происходит снижение содержания минеральных веществ (кроме добавления пищевой соли). В растительных продуктах они теряются с отходами. Так, содержание ряда макро- и микроэлементов при получении крупы и муки после обработки зерна снижается, так как в удаляемых оболочках и зародышах этих компонентов находится больше, чем в целом зерне. Например, в среднем, в зерне пшеницы и ржи зольных элементов содержится около 1,7%, в муке же в зависимости от сорта от 0,5 (в высшем сорте) до 1,5% (в обойной).

При очистке овощей и картофеля теряется от 10 до 30% минеральных веществ. Если их подвергают тепловой обработке, то в зависимости от технологии теряется еще от 5 до 30%.

Мясные, рыбные продукты и птица в основном теряют такие макроэлементы, как кальций и фосфор, при отделении мякоти от костей. При тепловой обработке (варке, жарке, тушении) мясо теряет от 5 до 50% минеральных веществ.

Для анализа минеральных веществ в основном используются физико-химические методы – оптические и электрохимические.

Практически все эти методы требуют особой подготовки проб для анализа, которая заключается в предварительной минерализации объекта исследования. Минерализацию можно проводить двумя способами: «сухим» и «мокрым». «Сухая минерализация предполагает проведение при определенных условиях обугливания, сжигания и прокаливания исследуемого образца. «Мокрая» минерализация предусматривает еще и обработку объекта исследования концентрированными кислотами (чаще всего  $\text{HNO}_3$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

Наиболее часто применяемые методы исследования минеральных веществ, представлены ниже.

*Фотометрический анализ* (молекулярная абсорбционная спектроскопия). Он используется для определения меди, железа, хрома, марганца, никеля и других элементов. Метод абсорбционной спектроскопии основан на поглощении молекулами вещества излучений в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях электромагнитного спектра. Анализ можно проводить спектрофотометрическим или фотоэлектроколориметрическими методами.

*Эмиссионный спектральный анализ.* Методы эмиссионного спектрального анализа основаны на измерении длины волны, интенсивности и других характеристик света, излучаемого атомами и иона-

ми вещества в газообразном состоянии. Эмиссионный спектральный анализ позволяет определить элементарный состав неорганических и органических веществ.

Интенсивность спектральной линии определяется количеством возбужденных атомов в источнике возбуждения, которое зависит не только от концентрации элемента в пробе, но и от условий возбуждения. При стабильной работе источника возбуждения связь между интенсивностью спектральной линии и концентрацией элемента (если она достаточно мала) имеет линейный характер, т.е. в данном случае количественный анализ можно также проводить методом градуировочного графика.

Наибольшее применение в качестве источника возбуждения получили электрическая дуга, искра, пламя. Температура дуги достигает 5000-6000<sup>0</sup>С. В дуге удается получить спектр почти всех элементов. При искровом разряде развивается температура 7000-10 000<sup>0</sup>С и происходит возбуждение всех элементов. Пламя дает достаточно яркий и стабильный спектр испускания. Метод анализа с использованием в качестве источника возбуждения пламени называют пламенно-эмиссионный анализом. Этим методом определяют свыше сорока элементов (щелочные и щелочно-земельные металлы, Cu<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> и др.).

*Атомно-абсорбционная спектроскопия.* Данный метод основан на способности свободных атомов элементов в газах пламени поглощать световую энергию при характерных для каждого элемента длинах волн.

В атомно-абсорбционной спектроскопии практически полностью исключена возможность наложения спектральных линий различных элементов, т.к. их число в спектре значительно меньше, чем в эмиссионной спектроскопии.

Уменьшение интенсивности резонансного излучения в условиях атомно-абсорбционной спектроскопии экспоненциальному кону убывания интенсивности в зависимости от толщины слоя и концентрации вещества, аналогичному закону Бугера-Ламберта-Бера

$$\lg J/J_0 = A = klc, \quad (3.10)$$

где  $J_0$  – интенсивность падающего монохроматического света;

$J$  – интенсивность прошедшего через пламя света;

$k$  – коэффициент поглощения;

$l$  – толщина светопоглощающего слоя (пламени);

$c$  – концентрация.

Постоянство толщины светопоглощающего слоя (пламени) достигается с помощью горелок специальной конструкции.

Методы атомно-абсорбционного спектрального анализа находят широкое применение для анализа практически любого технического или природного объекта, особенно в тех случаях, когда необходимо определить небольшие количества элементов.

Методики атомно-абсорбционного определения разработаны более чем для 70 элементов.

Кроме спектральных методов анализа широкое применение нашли электрохимические методы, из которых выделяются нижеперечисленные.

*Ионометрия.* Метод служит для определения ионов  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $F^-$ ,  $I^-$ ,  $Cl^-$  и т.д.

Метод основан на использовании ионоселективных электродов, мембрана которых проницаема для определенного типа ионов (отсюда, как правило, высокая селективность метода).

Количественное содержание определяемого иона проводится либо с помощью градуировочного графика, который строится в координатах  $E-pC$ , либо методом добавок. Метод стандартных добавок рекомендуется использовать для определения ионов в сложных системах, содержащих высокие концентрации посторонних веществ.

*Полярография.* Метод переменного-токовой полярографии используют для определения токсичных элементов (ртуть, кадмий, свинец, медь, железо).

### 3.10 Функционально-технологические свойства

К функционально-технологическим свойствам относят влаго-связывающую, влагоудерживающую, жирудерживающую, гелеобразующую способность.

На практике *определение влагосвязывающей способности* чаще всего проводят с помощью метода прессования или центрифугирования.

*Метод прессования* основан на выделении воды испытуемым образцом при лёгком его прессовании, сорбции выделяющейся воды фильтровальной бумагой и определении количества отделившейся влаги по площади пятна, остающегося ею на фильтровальной бумаге.

Достоверность результатов обеспечивается трёхкратной повторностью определений.

*Метод центрифугирования* основан на выделении жидкой фазы под действием центробежной силы из исследуемого объекта, находящегося в фиксированном положении. Количество последней зависит от степени взаимодействия влаги с «красной фазой» объекта. Метод условен. Достоверность результатов может быть обеспечена при трёх - четырёхкратной повторности определений.

Влагоудерживающая способность сырья определяется как разность между массовой долей влаги в продукте и количеством влаги, отделившейся в процессе термической обработки, а жирудерживающая способность – как разность между массовой долей жира в продукте и количеством жира, отделившемся в процессе термической обработки.

Отношение объёма эмульгированного масла к общему его объёму в системе называют эмульгирующей способностью. В это определение входит и понятие стабильности эмульсии, проявляющейся за промежуток времени, начиная от окончания эмульгирования до момента измерения при фиксированных условиях проведения эксперимента.

*Жирудерживающую способность* рассчитывают после определения ВВС и высушиванием остатка продукта до постоянной массы. Жирудерживающую способность определяют по коэффициенту, определенному рефрактометрически или методом Сокслета.

*Эмульгирующую способность* определяют после суспензирования навески продукта в 100 см<sup>3</sup> воды в гомогенизаторе или миксере, добавляя затем рафинированное подсолнечное масло и эмульгируют в гомогенизаторе. Эмульгирующую способность определяют по формуле:

$$\text{ЭС} = \frac{V_1}{V} \cdot 100, \quad (3.11)$$

где  $V_1$  – объём эмульгированного масла, см<sup>3</sup>;  
 $V$  – общий объём масла, см<sup>3</sup>.

Стабильность эмульсии определяют путём нагревания при температуре 80°С в течение 30 мин и охлаждения водой в течение 15 мин. Затем заполняют эмульсией 4 калиброванные центрифужные пробирки вместимостью по 50 см<sup>3</sup> и центрифугируют при частоте вращения 500с<sup>-1</sup> в течение 5 мин. Далее определяют объём эмульгированного слоя.

Стабильность эмульсии (%) рассчитывают по формуле

$$СЭ = \frac{V_1}{V_2} \cdot 100, \quad (3.12)$$

где  $V_1$  – объём эмульгированного масла, см<sup>3</sup>;  
 $V_2$  – общий объём эмульсии, см<sup>3</sup>.

### 3.11 Безопасность пищевых продуктов

Под безопасностью продуктов питания следует понимать отсутствие опасности для здоровья человека при их употреблении, как с точки зрения острого негативного воздействия (пищевые отравления и пищевые инфекции), так и с точки зрения опасности отдаленных последствий (канцерогенное, мутагенное и тератогенное действие). Иными словами, безопасными можно считать продукты питания, не оказывающие вредного, неблагоприятного воздействия на здоровье настоящего и будущих поколений.

С продуктами питания в организм человека могут поступать значительные количества веществ, опасных для его здоровья. Поэтому остро стоят проблемы, связанные с повышением ответственности за эффективность контроля качества пищевых продуктов, гарантирующих их безопасность для здоровья потребителя.

В начале 70-х г.г. была разработана концепция критической контрольной точки при анализе опасного фактора (ККТАОФ), которая призвана обеспечить безопасность пищевых продуктов. Главные принципы, лежащие в сути этой концепции, свидетельствуют о том, что основной акцент должен быть сделан на предупредительный контроль «критических моментов» в производстве продовольствия, а не на проверку готовой продукции. Согласно концепции ККТАОФ ответственность за определение критических точек в технологии производства безопасных пищевых продуктов возлагается на производителей.

Выявление ККТАОФ складывается из двух основных операций.

Операция 1. Выявление опасных факторов и определение контрольных мер. При этом необходимо изучить следующие важные обстоятельства:

- состав используемого сырья и компонентов, а также параметра, которые могут оказывать влияние на безопасность и стойкость продукта;

- параметры и условия процесса производства, влияющие на опасные факторы или их создающие;
- защита от повторного загрязнения химическими веществами и микроорганизмами (целостность, проницаемость и безопасность упаковки);
- использование в потребительской практике (размораживание, подогревание, варка и т.п.);
- группы риска (система общественного питания, дети, пожилые люди, лица с нарушениями иммунной системы, другие категории больных).

Операция 2. Установление критических контрольных точек. При этом необходимо для каждого опасного фактора на каждой стадии ответить на следующие вопросы:

- может ли изучаемый опасный фактор появиться в продукте из сырья или при его переработке, и на каком уровне (допустимом или недопустимом)?
- имеет ли состав сырья или рецептура продукта решающее значение для безопасности продукта?
- имеет ли состав сырья или рецептура продукта решающее значение для безопасности продукта?
- обеспечивает ли технологический процесс безопасность готового продукта за счет снижения уровня опасного фактора или за счет предотвращения его возрастания до опасного уровня?

Кроме названных двух основных операций ККТАОФ включает также спецификацию, систему мониторинга, системы устранения недостатков и проверки.

Токсичные элементы (в частности тяжелые металлы) составляют обширную и весьма опасную в токсикологическом отношении группу веществ. Обычно рассматривают 14 элементов: Hg, Pb, Cd, As, Sb, Sn, Zn, Al, Be, Fe, Cu, Ba, Cr, Tl.

Современные методы обнаружения и определения содержания *микотоксинов* в пищевых продуктах и кормах включают скрининг – методы - количественные аналитические и биологические методы.

*Скрининг – методы* отличаются быстротой и удобны для проведения серийных анализов, позволяют быстро и надежно разделять загрязненные и незагрязненные образцы. К ним относятся такие широко распространенные методы, как миниколоночный метод определения афлатоксинов, охратоксина А и зеараленона; методы тонкослойной хроматографии (ТСХ-методы) для одновременного определения

до 30 различных микотоксинов, флуоресцентный метод определения зерна, загрязненного афлатоксинами, и некоторые другие.

*Количественные* аналитические методы определения микотоксинов представлены химическими, радиоиммунологическим и иммуноферментными методами. Химические методы являются в настоящее время наиболее распространенными.

*Консерванты* – это вещества, подавляющие развитие микроорганизмов и применяемые для предотвращения порчи продуктов. В больших концентрациях эти вещества опасны для здоровья, поэтому Минздравом России определены предельно допустимые количества их в продуктах и установлена необходимость контроля за их содержанием.

Определение *диоксида серы*. В ГОСТе описаны два метода определения: дистилляционный и йодометрический.

*Дистилляционный метод* с предварительной отгонкой диоксида серы применяется при определении малых количеств вещества, а также при арбитражных анализах; йодометрический, сравнительно простой, но менее точный метод, используют при определении диоксида серы с массовой долей его в продукте более 0,01%.

Дистилляционный метод основан на вытеснении свободного и связанного диоксида серы из продукта ортофосфорной кислотой и перегонке в токе азота в приемники с пероксидом водорода, где диоксид серы окисляется до серной кислоты. Количество полученной серной кислоты определяют ацидометрически – титрованием раствором гидроксида натрия или комплексометрически – титрованием раствором трилона Б в присутствии эриохрома черного Т.

*Йодометрический метод* заключается в высвобождении связанного диоксида серы при обработке щелочью вытяжки из навески продукта с последующим оттитровыванием раствором йода. По количеству израсходованного на титрование йода определяют общее количество диоксида серы.

При определении *сорбиновой кислоты* используют либо спектрофотометрический, либо фотоколориметрический метод. Оба метода основаны на отгонке сорбиновой кислоты из навески анализируемого продукта в токе пара с последующим определением ее либо путем измерения оптической плотности отгона на спектрофотометре, либо после получения цветной реакции – на фотоэлектроколориметре.

Среди *тяжелых металлов* наиболее опасны свинец, кадмий, ртуть и мышьяк.

Поскольку металлы в пищевых продуктах находятся в связанном состоянии, непосредственное их определение невозможно. Поэтому первоначальной задачей химического анализа тяжелых металлов является удаление органических веществ – минерализация (озоление) рекомендуется при определении Cu, Pb, кадмия, Zn, Fe, мышьяка.

Для определения содержания Cu, кадмия и Zn используют метод полярографии.

Для олова – фотометрический метод, который основан на измерении интенсивности желтой окраски раствора комплексного соединения с кверцетином. Для определения используют минерализат, полученный мокрой минерализацией навески пробы продукта массой 5-10 г.

Также фотометрические методы исследования применяют при определении Cu, Fe, мышьяка.

Для определения ртути применяют колориметрический или атомно-абсорбционный метод, который основан на окислении ртути в двухвалентный ион в кислой среде и восстановлении ее в растворе до элементного состояния под воздействием сильного восстановителя.

## **Глава 4. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**



## Лабораторная работа № 1

### Отбор проб продуктов детского питания и подготовка их к анализу.

#### Определение массы нетто или объема

Методы определения массы нетто или объема продукта и массовой доли составных частей описаны в ГОСТ 8756.1 «Продукты пищевые консервированные. Методы определения органолептических показателей, массы нетто и массовой доли составных частей».

**Цель работы:** изучить теоретически и практически правила отбора проб продукции для детского питания и подготовки их к испытанию. Определить массу нетто или объем исследуемых образцов консервированной продукции.

Аппаратура, реактивы и материалы: сухие молочные продукты детского питания, консервы детского питания; весы лабораторные общего назначения, цилиндры мерные,

Отбор проб молочных продуктов и подготовка их к испытаниям проводится согласно ГОСТ 3622-68.

#### Ход работы

Провести оценку состояния тары и внешнего вида продукта. Провести сравнение с нормируемыми показателями.

После оценки состояния тары и органолептических показателей продукции проверяют температуру содержимого в центре единицы расфасовки.

После измерения температуры проверяют массу продукта в расфасовке.

Взвешивание производят на весах соответствующей грузоподъемности.

Чистую массу продукта в бутылках, банках, стаканах определяют следующим образом: освобождают тару от упаковки и этикеток. Вымытую снаружи бутылку, банку или стакан вытирают насухо и взвешивают на весах с ценой деления не более 5 г. Затем бутылку, банку или стакан освобождают от содержимого, тщательно промывают внутри, банку или стакан насухо вытирают, а бутылку перевертывают вверх дном и оставляют в таком положении на 2-3 мин, после чего взвешивают. Чистую массу находят по разности между первым и вторым взвешиванием.

При взвешивании штучных продуктов в бумажной или другой таре на чашку с гирями кладут тот же материал, и в таком же количестве, какое употреблено на упаковке проверяемого продукта.

Объем жидких продуктов (молока, кисломолочных напитков, соков, напитков и др.) в бутылках или пакетах определяют следующим образом: содержимое бутылки или пакета переливают в мерный цилиндр соответствующей вместимости (для бутылок и пакетов: 1 дм<sup>3</sup> – на 1000 см<sup>3</sup>; 0,5 дм<sup>3</sup> – на 500 см<sup>3</sup>; 0,25 и 0,2 дм<sup>3</sup> – на 250 см<sup>3</sup>), после чего бутылку или пакет держат перевернутыми над цилиндром 2-3 мин для стекания молока, соков, напитков, кисломолочных и других продуктов со стенок. Объем определяют с погрешностью не более 5 см<sup>3</sup>.

Для определения объема жидких молочных продуктов в крупной таре чистую массу продукта делят на фактическую плотность.

Отбор проб сухих молочных продуктов и молочных консервов. Путем осмотра тары определяют дефекты: видимое нарушение герметичности, вздутие крышек, помятость корпуса, наличие ржавчины и степень ее распространения, дефекты запайки и закатки крышек.

Перед исследованием пробы сухих молочных продуктов для детского питания тщательно перемешивают. При наличии слежавшихся комочков их растирают стеклянной палочкой.

Для лучшего смешивания все содержимое банки пересыпают в большую ступку и быстро тщательно перемешивают, растирая пестиком, после чего снова пересыпают в банку и плотно закрывают пробкой.

По результатам осмотра составляется отчет по работе.

## **Лабораторная работа № 2**

### **Аналитические методы определения свойств сырья и готовой продукции**

**Цель работы:** изучить практически некоторые аналитические методы определения свойств исследуемого сырья и готовой продукции.

#### *Определение общей (титруемой) кислотности в сухих продуктах детского и диетического питания*

Метод определения титруемой кислотности изложен в ГОСТ 25555.0 «Продукты переработки плодов и овощей. Методы определе-

ния титруемой кислотности», ГОСТ Р 30648.4-99 Продукты молочные для детского питания. Титриметрические методы определения кислотности».

Аппаратура, реактивы и материалы: весы лабораторные общего назначения, бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>; воронки стеклянные диаметром 10-15 см; колбы мерные вместимостью 250 см<sup>3</sup>; колбы конические вместимостью от 100 до 250 см<sup>3</sup>; пипетки вместимостью 20-25 см<sup>3</sup>; стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 50, 150 и 200 см<sup>3</sup>; гидроокись натрия или гидроокись калия; спирт ректифицированный; фенолфталеин 1 %-ый спиртовой раствор; вода дистиллированная; бумага фильтровальная лабораторная; бумага лакмусовая; вата медицинская гигроскопическая; палочки стеклянные оплавленные.

### Ход работы

Из пробы отвешивают 5 г сухой молочной смеси с погрешность не более ± 0,01 г в стакан, вместимостью 150-200 см<sup>3</sup>, добавляют небольшими порциями 40 см<sup>3</sup> горячей (65°С) дистиллированной воды и тщательно растирают смесь до однородной массы.

К охлажденному раствору добавляют еще 80 см<sup>3</sup> холодной дистиллированной воды, 5 капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия до образования розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 сек.

Кислотность, X<sub>2</sub>, °Т, т.е. в 1 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси или гидроокиси калия в пересчете на 100 г продукта, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 10}{m}, \quad (4.1)$$

где V – объем точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
m – масса навески испытуемого концентрата, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5°.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01°.

*Определение активной кислотности (pH) консервов*

Метод определения рН установлен в ГОСТ 26188 «Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясо-растительные. Метод определения рН», ГОСТ Р 30648.5-99 «Продукты молочные для детского питания. Методы определения активной кислотности».

Аппаратура, реактивы и материалы: рН-метр или ионметр с измерительным стеклянным электродом и хлорсеребряным электродом сравнения, буферные растворы, изготовленные из стандарт-титров образцовых растворах для рН-метрии и имеющим рН: 1) 3,57 или 4,00; 2) 5,00 или 6,86; 3) 9,22 (один из растворов должен иметь рН, близкий к рН исследуемого продукта); дистиллированная вода перед приготовлением растворов должна быть прокипячена в течение 30 мин; исследуемые образцы продукции.

### **Ход работы**

Установленный на рабочем месте и заземленный прибор включают в сеть с напряжением 220 В и прогревают в течение 25 мин, после чего производят его проверку. Выбирают необходимые электроды и подготавливают их к работе согласно паспорт на них. Электроды перед погружением в буферный или раствор необходимо тщательно промыть дистиллированной водой и затем протереть фильтровальной бумагой. Так как буферные и контрольные растворы при многократном применении могут менять рН, то прежде чем корректировать показания прибора при помощи ручки «Калибровка», надо убедиться, что погрешность измерения вызвана не изменениями настройки прибора, а изменением рН буферного раствора. Это проверяется по свежему буферному или контрольному раствору.

Стрелку измерительного прибора устанавливают на показании величины, соответствующей рН буферного раствора при данной температуре, и проверяют его показания во всех стандартных буферных растворах (рН 4,00; рН 6,86; рН 9,22). Ошибки измерения рН не должны превышать 0,05.

Для измерения рН исследуемого образца анализируемый раствор помещают в стакан и погружают туда электроды. Величину рН отсчитывают по шкале, когда показания прибора примут установившееся значение (на что требуется около 3 мин).

### **Оформление результатов работы**

В отчет по работе необходимо включить краткое описание методов исследования образцов сырья и продукции. Результаты представить в виде таблицы.

Таблица 4.1 – Результаты определения кислотности сырья и продукции

Наименование сырья и продукции	Исследуемые свойства		
	Титуруемая кислотность	Активная кислотность (pH)	Плотность

### Лабораторная работа № 3

#### Методы определения влаги и массовой доли сухих веществ

**Цель работы:** изучить методы определения влажности и содержание сухих веществ в образцах представленного сырья и готовой продукции.

#### *Определение влаги методом ускоренного высушивания*

Аппаратура, реактивы и материалы: Бюксы стеклянные и металлические диаметром 40-50 мм, высотой 40-50 мм; весы лабораторные общего назначения; термометр технический стеклянный ртутный на 150° С; шкаф сушильный электрический; эксикатор; кальций хлористый технический; кислота серная плотностью 1,84г/см<sup>3</sup>; палочки стеклянные длиной 55-60 мм; песок очищенный прокаленный; щипцы тигельные.

#### Ход работы

Чистую пустую бюксу с 5-10 г прокаленного песка и стеклянную палочку сушат с крышкой (в открытом виде) в течение 30 мин в сушильном шкафу при температуре 130° С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Из аналитической пробы концентрата в высушенную бюксу берут навеску массой 5 г с погрешность не более  $\pm 0,01$ г. Открытую бюксу с навеской вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 140 – 145 °С. Температуру шкафа при

установке бюкс доводят до 130 °С в течение 10 мин и этот момент считают началом сушки.

Продолжительность сушки при температуре 130±2°С установлена: 40 мин для молочных концентратов и продуктов детского питания; 45 мин – для остальных видов концентратов.

После высушивания навески бюксу вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешность не более ± 0,01 г.

Массовую долю влаги,  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (4.2)$$

где  $m$  – масса навески испытуемого концентрата, г;

$m_1$  – масса бюксы с навеской до высушивания; г;

$m_2$  – масса бюксы с навеской после высушивания, г.

За результаты испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01%.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,25%.

### *Определение влаги на приборе ВЧ*

Аппаратура, реактивы и материалы: прибор ВЧ; весы лабораторные общего назначения; термометры стеклянные ртутные на 250°С; часы; эксикатор; кальций хлористый технический; бумага фильтровальная лабораторная, бумага газетная; ножницы.

### *Ход работы*

Перед определением влаги прибор ВЧ нагревают до температуры, указанной в таблице, и подсушивают в нем бумажные пакеты в течение 3 мин. После высушивания пакеты помещают в эксикатор для охлаждения на 2-3 мин.

Таблица 4.2 – Масса навески, температура и продолжительность высушивания некоторых продуктов

Вид концентрата	Масса навески, г	Температура высушивания, °С	Продолжительность высушивания, мин
Каши молочные: гречневая, рисовая, манная	4	140	2
Отвары крупяные и мука из круп	4	140	10
Смеси молочные на отварах и на муке, кисель молочный	4	130	3

Примечание: допускается отклонение от температуры высушивания  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

Для изготовления пакетов берут лист газетной бумаги размером 20x14 см, складывают его пополам, а затем открытые с трех сторон края пакета загибают на 1,5 см; размер готовых пакетов 8x11 см.

Можно пользоваться пакетами треугольной формы из бумаги размером 15x15 см, с шириной загиба краев 1,5 см.

При испытании концентратов, содержащих в рецептуре жир, в пакет помещают дополнительно вкладыш из фильтровальной бумаги размером 11x24 мм, сложенный в три слоя таким образом, чтобы два слоя бумаги находились на нижней стороне пакета, а один слой на верхней; навеску помещают на два слоя фильтровальной бумаги, образующей вкладыш.

Из аналитической пробы концентрата в предварительно высушенный и взвешенный пакет берут с погрешностью не более  $\pm 0,01$  г навеску в количестве 4 г.

Для получения правильных результатов испытаний навеску берут быстро и распределяют ее ровным слоем по всей поверхности пакета или вкладыша.

Пакет закрывают, помещают в прибор ВЧ и сушат навеску по режимам, указанным в таблице.

В прибор помещают одновременно два пакета с навесками (параллельные определения).

После высушивания пакеты охлаждают в эксикаторе в течение 5 мин и взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,01$  г.

Массовую долю влаги,  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (4.3)$$

где  $m$  – масса навески испытуемого концентрата, г;

$m_1$  – масса пакета с навеской до высушивания; г;

$m_2$  – масса пакета с навеской после высушивания, г.

За результаты испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01%.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,3%.

### *Определение содержания сухих веществ*

#### *рефрактометрическим методом*

Аппаратура, реактивы и материалы: рефрактометр лабораторный РПЛ-3, или ИРФ-457; термостат ТС-13; баня водяная; термометр со шкалой до 100<sup>0</sup>С с ценой деления 1<sup>0</sup>С; пипетки вместимостью 2,10 см<sup>3</sup> с делениями; чашки фарфоровые выпарительные диаметром 4-6 см; бюксы стеклянные; палочки стеклянные оплавленные; колба коническая вместимостью 50-100 см<sup>3</sup>; стакан химический вместимость 100-150 см<sup>3</sup>; воронка стеклянная диаметром 3-4 см.

### **Ход работы**

Перед началом работы проверяют показания прибора по дистиллированной воде. На нижнюю призму рефрактометра оплавленной стеклянной палочкой наносят 1-2 капли дистиллированной воды, опускают верхнюю призму и через 2-3 мин проводят замер. Граница светотени должна быть четкой и проходить через точку пересечения нитей (перекрестие) или пунктирную линию.

Рефрактометр установлен на показатель преломления дистиллированной воды при 20<sup>0</sup>С 1,3329, что соответствует 0% сухих веществ.

Призмы рефрактометра вытирают сухой марлей и оплавленной стеклянной палочкой наносят 1-2 капли исследуемой жидкости, профильтрованной через крупнопористую фильтровальную бумагу. Опускают верхнюю призму и через 2-3 мин производят замер.

Замер производят 2-3 раза и рассчитывают среднее арифметическое.



По шкале рефрактометра определяют коэффициент преломления или массовую долю сухих веществ.

Если шкала рефрактометра градуирована на коэффициент преломления, то по таблице находят массовую долю сухих веществ.

Таблица 4.3 – Определение содержания сухих веществ по показателю преломления

Показатель преломления при 20°C	Массовая доля сухих веществ	Показатель преломления при 20°C	Массовая доля сухих веществ	Показатель преломления при 20°C	Массовая доля сухих веществ	Показатель преломления при 20°C	Массовая доля сухих веществ
1,333	0	1,3456	8,5	1,3598	17,5	1,3865	33,0
1,3337	0,5	1,3464	9,0	1,3606	18,0	1,3883	34,0
1,3344	1,0	1,3471	9,5	1,3614	18,5	1,3902	35,0
1,3351	1,5	1,3479	10,0	1,3622	19,0	1,3920	36,0
1,3359	2,0	1,3487	10,5	1,3631	19,5	1,3939	37,0
1,3367	2,5	1,3494	11,0	1,3639	20,0	1,3958	38,0
1,3374	3,0	1,3502	11,5	1,3655	21,0	1,3978	39,0
1,3381	3,5	1,3510	12,0	1,3672	22,0	1,3997	40,0
1,3388	4,0	1,3518	12,5	1,3689	23,0	1,4016	41,0
1,3395	4,5	1,3526	13,0	1,3706	24,0	1,4036	42,0
1,3403	5,0	1,3533	13,5	1,3723	25,0	1,4056	43,0
1,3411	5,5	1,3541	14,0	1,3740	26,0	1,4076	44,0
1,3418	6,0	1,3549	14,5	1,3758	27,0	1,4096	45,0
1,3425	6,5	1,3557	15,0	1,3775	28,0	1,4117	46,0
1,3433	7,0	1,3565	15,5	1,3793	29,0	1,4137	47,0
1,3435	7,1	1,3573	16,0	1,3811	30,0	1,4158	48,0
1,3441	7,5	1,3582	16,5	1,3829	31,0	1,4179	49,0
1,3448	8,0	1,3590	17,0	1,3847	32,0	1,4200	50,0

Массу сухих веществ для плодово-ягодных напитков (X, г) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot P}{100}, \quad (4.4)$$

где а – массовая доля сухих веществ, определенная рефрактометрическим методом, %;

Р – объем напитка, см<sup>3</sup>.

## Оформление результатов работы

Результаты работы оформляются в виде таблицы

Таблица 4.4 – Результаты определение массы сухих веществ

Методы определения	Масса сухих веществ для сырья и готовой продукции, %		

### Лабораторная работа № 4

#### Методы определения углеводов

**Цель работы:** Изучить теоретически и освоить определение углеводов с сырье и готовой продукции.

#### *Определение сахарозы рефрактометрическим методом*

Аппаратура, реактивы и материалы. Рефрактометр лабораторный РЛУ, РЛ, ИРФ-22 или УРЛ; весы лабораторные общего назначения; баня водяная; воронки стеклянные, колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup>, колбы конические вместимостью 100-200 см<sup>3</sup>, стаканы химические вместимость 50-100 см<sup>3</sup>, палочки стеклянные, кальций хлористый кристаллический 4% -ный раствор; кислота уксусная 80%-ный раствор, вода дистиллированная, бумага фильтровальная.

Подготовка к испытанию. Нулевую точку рефрактометра проверяют по дистиллированной воде. Показатель преломления воды при температуре 20°C равен 1,3330; температурные отклонения вызывают изменения показателя преломления воды, указанные в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Показатель преломления воды в зависимости от температуры раствора

Температура, °С	Показатель преломления воды	Температура, °С	Показатель преломления воды
15	1,3335	23	1,3327
16	1,3334	24	1,3326
17	1,3333	25	1,3325
18	1,3332	26	1,3324
19	1,3331	27	1,3323
20	1,3330	28	1,3322
21	1,3329	29	1,3321
22	1,3328	30	1,3320

## Ход работы

Для определения массовой доли сахарозы в молочных смесях из аналитической пробы отвешивают 10 г продукта с погрешностью не более 0,01 г, переносят через сухую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и оставляют на 15-20 мин периодически взбалтывая. Прибавляют 0,6 см<sup>3</sup> 80 %-ного раствора уксусной кислоты, доливают колбу до метки дистиллированной водой, перемешивают содержимое и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. В фильтрате определяют показатель преломления.

Из полученного фильтрата хорошо оплавленной стеклянной палочкой наносят 2-3 капли на призму рефрактометра и определяют показатель преломления по левой шкале прибора. Во время определения показателя преломления линия раздела светлого и темного полей должна быть резко выражена.

При расчете показателя рефракции необходимо отмечать температуру прибора.

Массовую долю сахарозы,  $X_2$ , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = (N_1 - N) \cdot 10000 \cdot K, \quad (4.5)$$

где  $N$  – показатель преломления дистиллированной воды при температуре определения;

$N_1$  – показатель преломления испытуемого раствора при температуре определения;

$K$  – коэффициент пересчета показателя преломления на процентное содержание сахарозы в исследуемом пищевом концентрате, (для молочных смесей  $K=0,2500$  – при рецептурной закладке сахара 18%;  $K=0,2770$  – при рецептурной закладке сахара 25%).

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должны превышать 0,3%.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01%.

## Лабораторная работа № 5

### Методы определения белка

Цель работы: изучить методы исследования белка.

#### *Определение массовой доли белков методом формольного титрования*

Аппаратура, реактивы и материалы. Пипетки простые вместимостью 20 и 50 см<sup>3</sup> и градуированные вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup>; стаканы химические вместимостью 150-200 см<sup>3</sup>, бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>, снабжённая трубкой с натронной известью для защиты раствора гидроксида натрия от углекислого газа, и бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>; резиновая груша; гидроксид натрия, ч.д.а. или х.ч. 0,1 н и 40 %-ный растворы; раствор гидроксида натрия готовят на дистиллированной воде, свободной от диоксида углерода; спирт этиловый ректификованный или спирт синтетический; фенолфталеин (2 %-ный спиртовой раствор); формалин технический; 2,5 %-ный водный раствор сульфата кобальта ч. или ч.д.а., сульфит натрия ч.д.а. или ч.; 1 н раствор серной кислоты; вода дистиллированная, свободная от диоксида углерода.

Для определения содержания формальдегида в техническом формалине готовят раствор сульфита натрия: 126 г сульфита натрия кристаллического ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) или 63 г безводного сульфита натрия ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> и объём доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор сульфита натрия в количестве 50 см<sup>3</sup> нейтрализуют 1 н. раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до слабо-розовой окраски и добавляют точно 3 см<sup>3</sup> испытуемого формалина. Образовавшийся в результате реакции гидроксид натрия титруют 1 н. раствором серной кислоты до слабо-розовой окраски.

Количество 1 н. раствора серной кислоты (в см<sup>3</sup>), израсходованной на титрование образовавшегося гидроксида натрия, показывает количество формальдегида, содержащегося в 100 см<sup>3</sup> формалина (г/100 см<sup>3</sup>). Для определения количества белка допускается применять формалин с содержанием формальдегида не менее 36 г на 100 см<sup>3</sup>. При наличии мути или осадка раствор формалина перед употреблением фильтруют.

Формалин перед употреблением нейтрализуют: к 50см<sup>3</sup> формалина добавляют 3-4 капли 2 %-ного раствора фенолфталеина и затем по каплям приливают сначала 40 5-ный, а затем в конце 0,1 н раствор гидроксида натрия до появления слабо-розового окрашивания.

Формалин, оставшийся на следующий день, в случае необходимости дополнительно нейтрализуют 0,1н. раствором гидроксида натрия. Нейтрализация формалина, в котором образовался осадок, производится после фильтрования.

Для приготовления эталона окраски в химический стакан вместимостью 150-200см<sup>3</sup> отмеривают пипеткой 20мл молока и добавляют 0,5мл 2,5 %-ного раствора сульфата кобальта. Эталон пригоден для работы в течении одной смены. Для лучшего сохранения к эталону можно добавить одну каплю формалина. Во избежание отстоя сливок эталон рекомендуется перемешивать.

Таблица 4.6 - Определение содержания белков в молоке при титровании проб в присутствии формалина

Количество 0,1н. раствора NaOH, см <sup>3</sup>	Массовая доля белков в моло- ке, %	Количество 0,1н. раствора NaOH, см <sup>3</sup>	Массовая доля белков в моло- ке, %
2,45	2,35	3,3	3,16
2,5	2,4	3,35	3,21
2,55	2,44	3,4	3,25
2,6	2,49	3,45	3,31
2,65	2,54	3,5	3,35
2,7	2,59	3,55	3,4
2,75	2,64	3,6	3,45
2,8	2,69	3,65	3,5
2,85	2,73	3,7	3,55
2,9	2,78	3,75	3,6
2,95	2,83	3,8	3,65
3	2,88	3,85	3,69
3,05	2,93	3,9	3,74
3,1	2,98	3,95	3,79
3,15	3,03	4	3,84
3,2	3,07	4,05	3,89
3,25	3,12	4,1	3,94

--	--	--	--

### Ход работы

В химический стакан вместимостью 150-200 см<sup>3</sup> отмеривают с помощью пипетки 20 см<sup>3</sup> молока и добавляют 0,25 см<sup>3</sup> 2 %-ного раствора гидроксида натрия до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего окраски этанола. Затем в стакан вносят 4 см<sup>3</sup> нейтрализованного 36-40 %-ного формалина, перемешивают круговыми движениями и через 1 мин вторично титруют до появления слабо-розового окрашивания.

Если испытания проводят при искусственном освещении, то для точного определения момента появления окраски используют белый экран, для чего лист чертёжной бумаги размером 40 x 40 см сгибают пополам.

Массовая доля (в %) общего количества белков в молоке равна количеству 0,1н. раствора гидроксида натрия, затраченного на нейтрализацию в присутствии формалина, умноженному на 0,959. Массовую долю общего белка в молоке можно определить также по таблице.

#### *Колориметрический метод определения белка (по Лоури)*

Аппаратура, реактивы и материалы: 1) 2 %-й раствор Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> в 0,1н NaOH; 2) раствор 0,5 % CuSO<sub>4</sub> x 5H<sub>2</sub>O в 1 %-м растворе двухзамещённого виннокислого натрия или калия; 3) опытный раствор: готовят смешивая 1-й и 2-й растворы (50 : 1 по объёму); реактив годен в течении дня; 4) реактив Фолина.

Приготовление реактива Фолина. Для стандартного раствора 100г вольфрамата натрия (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> x 2H<sub>2</sub>O) и 25г молибдата натрия Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> x 2H<sub>2</sub>O растворяют в 700см<sup>3</sup> воды. К смеси добавляют 50см<sup>3</sup> 85 %-го раствора фосфорной и 100см<sup>3</sup> соляной кислот (ρ = 1,19). Затем кипятят (не слишком сильно) 10 ч с обратным холодильником в вытяжном шкафу. После этого в колбу добавляют 150г сернокислого лития, 50 см<sup>3</sup> воды и 5 капель бромной воды. Смесь кипятят в течении 15 мин в вытяжном шкафу для удаления избытка брома, после охлаждения доводят водой до 1дм<sup>3</sup>. Затем фильтруют и хранят в тёмной склянке с притёртой пробкой. Раствор должен быть ярко-жёлтого цвета. Обычно перед употреблением реактив Фолина разбавляют в 2 раза. Раствор можно хранить длительное время.

## Ход работы

К  $0,4\text{см}^3$  раствора белка добавляют  $2\text{см}^3$  опытного раствора. Смесь перемешивают и через 10 мин приливают к ней  $0,2\text{см}^3$  рабочего раствора Фолина. Интенсивность окраски определяют на ФЭК-56М с красным светофильтром (или на спектрофотометре при 750 нм) через 30 мин. Количество белка в растворе находят по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой 100 мг чистого белка (сывороточного  $\gamma$  – глобулина, кристаллического альбумина и др.) растворяют в  $100\text{см}^3$   $0,1\text{н}$  NaOH ( $1\text{см}^3$  содержит 1 мг белка). В 9 мерных колб на  $10\text{см}^3$  приливают раствор белка в возрастающих количествах:  $0,5\text{см}^3$ , а затем от 1 до  $8\text{см}^3$ . Раствор в колбах доводят водой до метки, перемешивают и из каждой колбы берут по  $0,4\text{см}^3$  для определения белка по указанной прописи. По полученным данным вычерчивают калибровочную кривую.

Примечание. Определение белка данным методом в растительных объектах, содержащих фенолы, приводит к завышению результатов, так как они образуют аналогичную окраску с реактивами. Перед определением белка для удаления фенольных соединений необходима обработка ацетоном, охлаждённым до  $-10^\circ\text{C}$ .

### *Определение белка колориметрическим методом*

Аппаратура, реактивы и материалы.

В стеклянную пробирку помещают пипеткой  $1\text{см}^3$  раствора молока, приливают  $20\text{см}^3$  раствора красителя и, закрыв пробирку резиновой пробкой, перемешивают её содержимое, переворачивая пробирку от 2 до 10 раз.

Следует избегать встряхивания, так как при этом образуется трудноразрушимая пена.

Пробирку помещают в центрифугу и центрифугируют при частоте вращения 1000 об/мин в течении 20 мин.

Отбирают пипеткой  $1\text{см}^3$  надосадочной жидкости, помещают в мерную колбу вместимостью  $50\text{см}^3$ , доливают колбу до метки водой и содержимое перемешивают. Аналогичным способом разбавляют раствор красителя в 50 раз.

Измеряют на фотоколориметре оптическую плотность разбавленного раствора красителя по отношению к разбавленному содержанию мерной колбы.

Массовую долю белка (Б), %, вычисляют по формуле:

$$B=7,78D-1,34, \quad (4.6)$$

где  $D$  – измеренная оптическая плотность, ед. оптической плотности;

7,78 – эмпирический коэффициент, % / ед. оптической плотности;

1,34 – эмпирический коэффициент, %.

Предел допустимой погрешности результата измерений составляет  $\pm 0,1$  % массовой доли белка при доверительной вероятности 0,80 и расхождении между двумя параллельными измерениями не более 0,013 единиц оптической плотности или не более 0,1 % массовой доли белка.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов вычислений двух параллельных наблюдений, округляя результаты до второго десятичного знака.

## Лабораторная работа № 6

### Методы определения витаминов

**Цель работы:** изучить теоретические и освоить практически методы исследования витаминов С,  $\beta$ -каротина.

#### *Определение содержания аскорбиновой кислоты*

1 г сока переносят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу или стакан. Отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> 20 см<sup>3</sup> фильтрата, приливают 1 см<sup>3</sup> 2%-ного раствора соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> 1%-ного раствора йодистого калия и 2 см<sup>3</sup> 0,5%-го раствора крахмала. Смесь перемешивают и титруют из микробюретки 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствором иодата калия до устойчивого синего окрашивания.

Параллельно ведут контрольное титрование. Для контрольного титрования вместо фильтрата берут 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.



1 см<sup>3</sup> 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствора йодата калия соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты. Содержание аскорбиновой кислоты рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(C_3 - C_4) \cdot 0,088 \cdot C_1 \cdot 100}{H \cdot C_2}, \quad (4.7)$$

где  $C_1$  – общий объем вытяжки, см<sup>3</sup>;

$C_2$  – аликвота вытяжки, взятая на титрование, см<sup>3</sup>;

$C_3$  – объем 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствора йодата калия, пошедшего на титрование опытного образца, см<sup>3</sup>;

$C_4$  – объем 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствора йодата калия, пошедшего на титрование контрольного образца, см<sup>3</sup>;

$H$  – масса навески, г.

### Упрощенный метод определения витамина С

Приборы и реактивы: весы лабораторные; микробюретка вместимостью 2-5 мл; колбы конические вместимостью 50 и 100 мл; пипетки вместимостью 1,2,5,10,15 мл; стаканы химические вместимостью 100,150 и 250 мл; воронка стеклянная; палочка стеклянная; вата гигроскопическая; цилиндры измерительные вместимостью 25 и 50 мл; натриевая соль 2,6-дихлорфенолиндофенола, 0,001 н раствор; кислота соляная плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, х.ч., 2%-ный раствор; вода дистиллированная.

### Проведение испытания

При определении содержания аскорбиновой кислоты необходимо учитывать следующее:

1. Производить не менее двух параллельных титрований из 2-3 навесок.

2. При титровании пользоваться микробюретками.

3. Расхождение между параллельными титрованиями не должно превышать 0,03 мл.

4. Объем титруемой жидкости, состоящей из экстракта и дистиллированной воды, должен быть равен 15 мл. Так, если экстракта взято 4 мл, то воды следует добавить 11 мл (4 мл+11 мл=15 мл). Количество экстракта для титрования зависит от содержания в нем витамина С.

5. Для более точного улавливания перехода окраски титрование следует производить в конической колбе на поверхности стола белого цвета.

6. Количество пошедшего на титрование индикатора должно быть в пределах 1-2 мл. Если индикатора расходуется менее 1 мл или более 2 мл, то увеличивается погрешность анализа.

7. Титрование не должно продолжаться более 2 мин. При титровании образца с малым содержанием витамина С раствор приливают из микробюретки по каплям. При титровании образца с большим содержанием витамина С вначале прибавляют по несколько капель индикатора.

8. Продолжительность анализа исследуемого образца – не более 35 мин.

#### Ход анализа

Жидкие продукты, взятые для анализа по объему или массе, непосредственно перед титрованием для полной экстракции витамина С разводят 2%-ным раствором соляной кислоты в соотношении 1:1 и тщательно перемешивают. Затем отбирают пипеткой 1-10 мл экстракта, в зависимости от содержания витамина С, установленного пробным титрованием, вносят в 2-3 конические колбы вместимостью 50-100 мл, в которые заранее налито по 1 мл 2%-ного раствора соляной кислоты и добавляют такое количество дистиллированной воды, чтобы общий объем жидкости равнялся 15 мл, после чего титруют 0,001 н раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола до появления розового окрашивания, не исчезающего 0,5-1 мин.

Если жидкие продукты титруют без разведения, то их переносят пипеткой в конические колбы, в которые предварительно налит 1 мл 2%-ного раствора соляной кислоты, в количестве 1-10 мл (в зависимости от содержания витамина С) и добавляют воду до общего объема 15 мл.

#### *Определение $\beta$ -каротина*

Метод определения каротиноидов основан на фотометрическом измерении массовой концентрации каротиноидов в растворе этилового спирта.

1 см<sup>3</sup> сока помещают в мерную колбу на 50 см<sup>3</sup>, доводят объем этиловым спиртом до метки, перемешивают и фильтруют. В фильтрате определяют оптическую плотность при длине волны 450 нм, в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве контроля используется этиловый спирт.

Содержание  $\beta$ -каротина (в мг/100 см<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$K = D \cdot 0,00208 \cdot 50 \cdot 100, \quad (4.8)$$

где  $D$  – оптическая плотность раствора;  
0,00208 – количество  $\beta$ -каротина в мг раствора, соответствующее по окраске стандартного образца;  
50 – разведение, см<sup>3</sup>.

## Библиографический список

1. Крусъ Г.Н., Шалыгина А.М., Волокитина З.В. Методы исследования молока и молочных продуктов/ Под общ.редакцией А.М.Шалыгиной. – М.: Колос, 2000. – 368 с.
2. Методические указания по использованию экспресс-метода биологической оценки пищевых продуктов/ В.С.Баранов, Г.Г.Жарикова, С.В.Огнева, С.А.Федотова. – М.: МИНХ им.Г.В.Плеханова, 1982. – 29 с.
3. Методы биохимического исследования растений/ А.И.Ермаков, В.В.Арасимович, Н.П.Ярош и др.; Под ред. А.И.Ермакова. – 3-е изд., перераб. и доп. – Л.:Агропромиздат, 1983. – 430 с.
4. Химический состав пищевых продуктов. Кн 2: Справочные таблицы содержания аминокислот, жирных кислот, витаминов, макро- и микроэлементов, органических кислот и углеводов/ Под ред. И.М.Скурихина. – 20е изд., перераб. и доп. – М.: Агропромиздат, 1987. – 360 с.
5. Состав и свойства молока как сырья для молочной промышленности: Справочник/ Н.Ю.Алексеева, В.П.Аристова, А.П.Патратий и др.; Под ред. Я.И.Костина. – М.:Агропромиздат, 1996. – 236 с.
6. Нечаев А.П. Пищевая химия. – СПб.: ГИОРД, 2001. – 592 с.
7. Стандартизация и контроль качества продукции. Общественное питание: учеб.пособие для вузов/ Г.Н.Ловачева, А.И.Мглинец, Н.Р.Успенская. – М.:Экономика, 1990. – 239 с.
8. Реометрия пищевого сырья и продуктов: Справочник/ Под ред. Ю.А.Мачихина. – М.: Агропромиздат. – 1990. – 271 с.
9. Современные методы исследования качества пищевых продуктов/ И.А.Снегирева, Ю.Н.Жванко, Т.Г.Родина, А.Н.Рукусуев и др. – М.: Экономика, 1976. – 222 с.
- 10.Справочник работника лаборатории консервного завода/ С.Ю.Гельфанд, Э.В.Дьяконова, Т.Н.Медведева. – М.:Анропромиздат, 1990. – 176 с.

**ВОПРОСЫ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К СДАЧЕ ЗАЧЕТА**

1. Дать определение пищевой, биологической и энергетической ценности продуктов
2. Дать определение качества и свойства продукции
3. Какие методы определения называют измерительными
4. Что такое экспертный метод. Привести примеры
5. Какие методы называются биологическими
6. Какие свойства продукции определяют органолептическими методами
7. Основные правила отбора проб и подготовка их к анализу
8. Химические, физические и физико-химические методы исследования
9. Плотность продукта, какие методы используют для определения плотности
10. Сущность и классификация спектральных методов анализа
11. Методы рефрактометрии и поляриметрии. Приборы, используемые при исследовании данными методами
12. Хроматографические методы определения, сущность и классификация
13. Какие методы используют для определения содержания влаги и массовой доли сухих веществ
14. Методы исследования белка и биологической ценности, их сущность
15. Какие методы применяют для исследования состава и количества липидов в пищевых продуктах
16. Классификация углеводов. Методы определения, их сущность
17. Безопасность пищевых продуктов. Определение основных веществ
18. Какие минеральные вещества относятся к макро- и микроэлементам. Методы их определения
19. Классификация витаминов. Основные методы, применяемые при их определении
20. Организация лабораторного контроля