



Филиал федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Астраханский государственный технический университет» в Ташкентской области Республики Узбекистан

Факультет высшего образования

Кафедра ВБиТ

Научное обоснование создания новых технологий продуктов из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры

**Методические указания к лабораторным работам
для обучающихся по направлению
19.04.03 Продукты питания животного происхождения
направленность «Технология продуктов из сырья животного происхождения»**

Ташкентская область, Кибрайский район – 2025

Автор: д.т.н., проф. кафедры ВБиТ Бредихина О.В.

Рецензент: д.т.н., проф. кафедры ВБиТ, Цибизова М.Е.

Лабораторные работы реализуются для магистров в форме УИРС в соответствии с предполагаемой темой выпускной квалификационной работы. В методических указаниях по лабораторным работам приводятся научные основы разработки и обоснования технологии пищевой продукции из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры, которые включают в себя обоснование выбора сырья, моделирование рецептуры и технологической схемы их получения, оценка качества во время хранения, разработка проекта нормативной документации: ТУ и ТИ.

Методические указания по выполнению лабораторных работ по дисциплины (модулю) «Научное обоснование создания новых технологий продуктов из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры» утверждены на заседании кафедры ВБиТ, протокол № 7 от 21.02.2025 г.

Филиал ФГБОУ ВО «АГТУ» в Ташкентской области Республики Узбекистан

Содержание	Стр.
Введение	4
Лабораторная работа № 1. Изучение пищевой и биологической ценности продуктов питания из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры	8
Лабораторная работа № 2. Выбор технологической схемы изготовления продукта на основе исследованного химического состава объекта. Моделирование рациональной технологии изготовления консервированного продукта одним из способов обработки применительно к исследованному химическому составу объекта	17
Лабораторная работа № 3. Изготовление опытного образца с применением выбранного способа обработки в соответствии с разработанной моделью технологии	20
Лабораторная работа № 4. Исследование качества изготовленного продукта перед хранением	26
Лабораторная работа № 5 Разработка проекта технических требований (ТУ и ТИ) к качеству продукта	47
Список рекомендуемой литературы	52

Введение

Биологические ресурсы гидросферы пресноводных и морских бассейнов земного шара, включающие водоросли, беспозвоночных животных (моллюсков, ракообразных, иглокожих), рыб и морских млекопитающих издавна широко используются человеком для приготовления различной пищи, кормовых и технических продуктов, а также при создании медико-биологических препаратов. Широко используются ресурсы и животного происхождения: сырье животного происхождения и отходы, образуемые в результате их переработки.

В настоящее время специалисты пищевой промышленности особое внимание уделяют разработке рациональных технологий изготовления продукции пищевого назначения улучшенного качества из сырья животного происхождения и водных биоресурсов. Повышению качества продукции способствует внедрение в технологический процесс новых или дополнительных операций, направленных на облагораживание сырья, улучшение его органолептических и физико-химических показателей, повышающих биологическую ценность.

Биологическое значение веществ, входящих в состав пищевых продуктов, полученных из сырья животного происхождения, водных биоресурсов, различно. Группу главных пищевых веществ (по международной классификации «макронутриентов») составляют белки, жиры, углеводы и макроэлементы. В группу биологически активных веществ входят витамины, микроэлементы, ферменты и др. Поэтому при разработке новых технологических решений переработки сырья и совершенствования существующих технологий получения продуктов питания необходимо знать научные основы их производства и применять их в практической деятельности.

Курс дисциплины «Научное обоснование создания новых технологий продуктов из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры» направлен на получение обучающимися по направлению 19.04.03 Продукты питания животного происхождения знаний, умений и навыков в области научного обоснования создания новых технологий продуктов из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры.

Курс включает в себя лабораторный практикум по исследованию качества сырья, изменению его органолептических, физико-химических показателей в процессе получения новых видов пищевой продукции, способов ее изготовления.

Порядок допуска к лабораторным занятиям

К лабораторным занятиям допускаются обучающиеся, подготовленные по соответствующим теоретическим материалам в соответствии с методическими указаниями настоящего сборника.

При подготовке к занятиям необходимо:

- изучить теоретические вопросы по теме предстоящих занятий по литературным источникам, приведённым в сборнике и по прочитанным лекциям;
- изучить методику выполнения лабораторных занятий, сущность основных методов определения химических показателей;

– ознакомиться с основными методами и способами переработки сырья в пищевые продукты;

– освоить методы выполнения необходимых расчетов, относящихся к обработке полученных результатов;

- составить план выполнения работы, с выделением основных этапов постановки эксперимента.

Степень подготовки обучающихся к выполнению очередных лабораторных занятий контролируется преподавателем в форме краткого собеседования. В случае недостаточной подготовленности обучающийся не может быть допущен к занятиям. При этом обучающийся не уходит из лаборатории, а использует время занятий, предназначенное для выполнения очередной темы, на теоретическую подготовку к не допущенной работе.

Порядок постановки эксперимента

Лабораторные занятия обучающиеся выполняют в виде учебно-исследовательской работы (УИРС). Перед началом постановки эксперимента обучающийся подготавливает рабочее место, отведённое в лаборатории, проверяет наличие необходимого оборудования, аппаратуры и химической посуды с реактивами, а также знакомится с устройством приборов и порядком измерений.

После каждого этапа лабораторной работы, предусмотренного в методических указаниях, полученные данные обучающийся фиксирует в журнале исследований по рекомендованной форме. Результаты анализирует и обсуждает с преподавателем.

Лабораторная работа считается выполненной при предъявлении обучающимся преподавателю полученных результатов и приведении рабочего места в надлежащий порядок.

Требования к оформлению лабораторных работ

Лабораторная работа оформляется в форме отчёта, состоящего из:

- номера и наименования темы лабораторной работы;
- цели и задач проведения работы;
- объекта исследований;
- методов исследования;
- методики постановки эксперимента;
- результатов исследований
- выводов.

Перед началом лабораторного занятия преподавателем излагаются общие понятия, цель и задачи и краткие теоретические сведения по изучаемой теме, распределяются объекты исследования по группам обучающихся. В ходе проведения лабораторных занятий преподаватель проверяет правильность постановки эксперимента, отвечает на возникшие вопросы и оказывает помощь в обсуждении полученных результатов и формированием выводов.

В пункте «объект исследования» приводится наименование образца, взятого для исследования.

В пункте «методика постановки эксперимента» последовательно описы-

вается порядок проведения всех научных исследований по разработке технологии изготовления продукции из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры с указанием основных этапов, выбранного способа обработки сырья, параметров проведения экспериментов.

В пункте «методы исследования» приводится описание основных методов исследования, которые были использованы в работе. Описание методов исследований, которые осуществляются в соответствии с требованиями стандартов (ГОСТ), приводится в краткой форме.

В пункте «результаты исследований» приводятся полученные результаты, которые оформляются в табличной и графической форме, сопровождаемые выводами. Выводы должны содержать критический анализ качества сырья, влияния выбранных технологических параметров основных процессов на изменения его свойств, которые протекают при переработке, а также качества готовой продукции и её энергетической ценности. При этом следует полученные результаты сравнивать с действующими нормами отходов и потерь при переработке сырья животного и водного происхождения, требованиями соответствующей технической документации на сырьё и готовую пищевую продукцию, проводить анализ возможных расхождений между стандартными данными и полученными опытным путём.

На основании полученных результатов выполняются необходимые расчеты. Применяемые формулы расшифровываются с указанием характеристик используемых коэффициентов и показателей. Приводится разработанная модель технологической схемы изготовления опытного образца пищевой продукции.

В пункте «выводы» приводятся выводы по всей работе. Выводы должны содержать конкретно сформулированные основные результаты, полученные в ходе проведения работы. При написании выводов используют следующие формулировки: установлено, определено, выявлено, исследовано, изучено и т.д.

Правила техники безопасности работы обучающихся в лаборатории

При прохождении лабораторного практикума обучающиеся работают с различными реактивами, используют разнообразные электроприборы, поэтому от них требуется особая внимательность, аккуратность и осторожность в работе.

Перед началом лабораторных работ обучающиеся проходят инструктаж по технике безопасности, после чего расписываются в соответствующем журнале. Кроме того, по ходу лабораторной работы они получают устный инструктаж от преподавателя, ведущего занятие.

С целью обеспечения безопасной работы в лаборатории необходимо соблюдать следующие условия:

- работать в спецодежде (бязевых или хлопчатобумажных халатах);
- избегать попадания химических реактивов на обнаженные участки тела, не трогать лицо и глаза руками, не принимать пищу, после окончания работы тщательно мыть руки;

- не пробовать химические реактивы на вкус;
- не допускается набирать в пипетку ртом кислоты, щелочи или растворы вредных веществ, с этой целью используют грушу;
- определять запах веществ крайне осторожно, не наклоняясь над сосудом и не вдыхая полной грудью, а направляя к себе пары или газы движением руки;
- работать с едкими, ядовитыми и легколетучими веществами в вытяжном шкафу, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией;
- не наклоняться над сосудом, в котором происходит кипение или куда наливают жидкость во избежание попадания брызг на лицо или в глаза;
- запрещается нагревать низкокипящие жидкости на открытом огне и электронагревательных приборах вне вытяжного шкафа с работающей вентиляцией;
- не допускается сливать в систему канализации концентрированные растворы кислот и щелочей, а также растворы солей тяжелых металлов, легковоспламеняющиеся жидкости (эфир, органические растворители и т.п.);
- запрещается пользоваться поврежденной лабораторной посудой, перед использованием в работе стеклянной посуды необходимо удостовериться в ее целостности, отсутствии трещин;
- не допускается нагревать или охлаждать воду или растворы в герметически закрытых сосудах;
- перед работой с повышенной температурой необходимо убедиться в наличии на лабораторной посуде соответствующего разрешающего знака;
- не допускается смешивать различные химические реактивы и их растворы между собой, если данные смеси не предусмотрены при проведении занятия.
- по окончании работы необходимо выключить электроприборы, закрыть воду и убрать рабочее место.

Первая помощь при возможных несчастных случаях в лаборатории

1. В случае пореза рану следует обработать 5 %-ным спиртовым раствором иода или 3 %-ным раствором перекиси.
2. При термических ожогах промыть пораженный участок раствором перманганата калия или этиловым спиртом.
3. При попадании на кожу концентрированной кислоты промыть пораженный участок водой, а затем обработать слабым раствором бикарбоната натрия (содой) или аммиака.
4. При попадании на кожу щелочи промыть пораженный участок водой, а затем обработать слабым раствором уксусной кислоты.

Лабораторная работа № 1

Изучение пищевой и биологической ценности продуктов питания из сырья животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры

1. Цель и задачи исследования

Цель: Разработка технологии получения пищевой продукции.

Из поставленной цели вытекают следующие задачи:

- изучение химического состава мышечной ткани заданного объекта исследования;
- расчет энергетической ценности, коэффициентов оводненности и созревания мышечной ткани объекта.

2. Объекты исследования, методы исследования и методика постановки эксперимента

2.1. Объекты исследований

В качестве исследуемых образцов используются объекты промысла Астраханского региона: вобла, лещ, сазан, окунь, карась, килька, красноперка и другие виды рыб, сырье животного происхождения, молочное сырье.

2.2. Методы исследования

Отбор проб, подготовка средней пробы сырья, полуфабриката и готовой продукции проводят в соответствии с ГОСТ 7631-85.

Химические характеристики: содержание белка, влаги, жира, минеральных веществ в сырье осуществляют в соответствии с ГОСТ 7636-85.

2.3. Методика постановки эксперимента¹

Для изучения химического состава рыбу размораживают, разделяют на фарш, определяют количество отходов и потерь при разделке и подготавливают среднюю пробу, которую используют для проведения исследований по определению показателей: содержание воды, липидов, белка, минеральных веществ. Полученные данные используют для проведения расчета энергетической ценности, коэффициентов оводненности и созревания мышечной ткани гидробионта с целью выбора и обоснования способа его обработки.

3. Порядок проведения исследований

3.1. Необходимое оборудование, инструменты и реактивы:

- доска разделочная;
- нож разделочный;
- мясорубка бытовая;
- фильтровальная бумага;
- шкаф сушильный;
- весы аналитические класса 4 с пределом измерения от 0 до 100 г;

¹ Приведены на примере рыбного сырья

- электропечь сопротивления лабораторная (муфельная печь);
- установка для минерализации органических веществ;
- аппарат для отгонки паров аммиака;
- аппарат экстракционный (аппарат Сокслета);
- перекись водорода (х. ч.);
- смешанный индикатор (Таширо);
- H_2SO_4 ч. или х. ч., 0.02 н раствор;
- H_2SO_4 ч. или х. ч., конц.;
- NaOH ч. д. а., прокипяченный 33 %-ный раствор;
- KOH ч. д. а., 0.02 н раствор;
- растворитель (петролейный эфир х.ч. или 1,2-дихлорэтан х. ч.);
- вода дистиллированная безаммиачная;
- вода дистиллированная.

3.2. Определение химических показателей качества

3.2.1. Определение массовой доли воды в образце стандартным (арбитражным) методом по ГОСТ 7636-85

Исследуемую рыбу разделяют на тушку и отделяют мясную часть. Мясо рыбы измельчают на мясорубке с диаметром отверстий решетки $3 \div 5$ мм. В предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную с точностью до 0.001 г бюксу с песком и стеклянной палочкой отбирают $1.5 \div 2$ г измельченного мяса (в случае определения массовой доли жира в высушенной пробе отбирают 5 г), навеску при помощи стеклянной палочки равномерно тонким слоем распределяют по дну бюксы, затем бюксу взвешивают. Бюксу с пробой помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре $100 \div 105$ °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 3 часа после начала сушки, последующие — через $30 \div 40$ минут.

Постоянная масса считается достигнутой, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0.001 г.

Перед каждым взвешиванием бюксу с пробой помещают в эксикатор и охлаждают в течение 30 минут. Бюксу с высушенной пробой охлаждают в эксикаторе и затем взвешивают.

Массовую долю воды в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M} \times 100 \quad (1)$$

где M_1 — масса бюкса со стеклянной палочкой, песком и навеской до сушки, г;

M_2 - масса бюкса со стеклянной палочкой и навеской после сушки, г;

M - масса бюкса со стеклянной палочкой и песком, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0.5 %.

Вычисление проводят до первого десятичного знака.

3.2.2. Определение содержания общего азота методом Кьельдаля по ГОСТ 7636-85 на установке «Vapodest-3»

Навеску исследуемой пробы массой $0.3 \div 0.4$ г, взвешенной с точностью до 0.0005, помещенную в закрытую с одной стороны трубочку из фильтровальной бумаги, переносят в колбу для минерализации 1 (рис. 1), приливают 10 мл концентрированной серной кислоты и добавляют таблетку-катализатор на основе сернокислой меди или 1 мл пергидроля. Колбу помещают в гнездо штатива 2 установки по минерализации «Vapodest-30». Процесс минерализации заканчивают, когда в колбе образуется прозрачная жидкость голубого цвета или бесцветная (в случае использования в качестве катализатора перекиси водорода). Колбы с минерализатом выдерживают в гнездах до полного охлаждения, затем минерализат через стеклянную воронку осторожно переносят в мерную колбу объемом 100 мл. Колбу омывают $25 \div 30$ мл дистиллированной воды, которую затем также переливают в мерную колбу. Мерную колбу доливают водой до метки и выдерживают $3 \div 4$ часа для равномерного распределения минеральных веществ по всему ее объему.

Из мерной колбы в отгонную колбу 1 (рис. 2) пипеткой переносят $20 \div 25$ мл рабочего раствора и устанавливают в аппарат для отгонки. Предварительно в аппарат устанавливают колбу-приемник 2 объемом 250 мл, куда заранее вносят 30 мл 0.02 н раствора серной кислоты и 5 капель смешанного индикатора. В колбу-приемник опускают конец трубки холодильника 3 аппарата и осуществляют отгонку паров аммиака по установленной в аппарате программе.

По окончании отгонки конец трубки холодильника обмывают дистиллированной водой в колбу-приемник и содержащийся в ней избыток серной кислоты оттитровывают 0.02 н раствором КОН до перехода синей окраски до сине-зеленой (цвет морской волны).

Расчетная формула:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot B \cdot V_3}{V_4 \cdot m} \cdot 100, \% \quad (1)$$

где V_1 — количество 0,02н КОН, пошедшее на титрование в контрольном опыте, см^3 ;

V_2 - количество 0,02н КОН, пошедшее на титрование в рабочем опыте, см^3 ;

K - поправочный коэффициент для 0,02н КОН;

B - эквивалентное количество вещества, взятое на конкретное определение навески в 100 г. ($\hat{A} = E \cdot N = 0,28 \text{ мг/см}^3$ или $0,00028 \text{ г/см}^3$);

V_3 - объем колбы разведения, см^3 ;

V_4 - объем минерализата, взятый на отгон, см^3 ;

m - масса навески, г.;

100 — пересчет на 100 г.

Массовую долю белка рассчитывают по формуле:

$$X_1 = X \cdot 6,25 (\%), \quad (2)$$

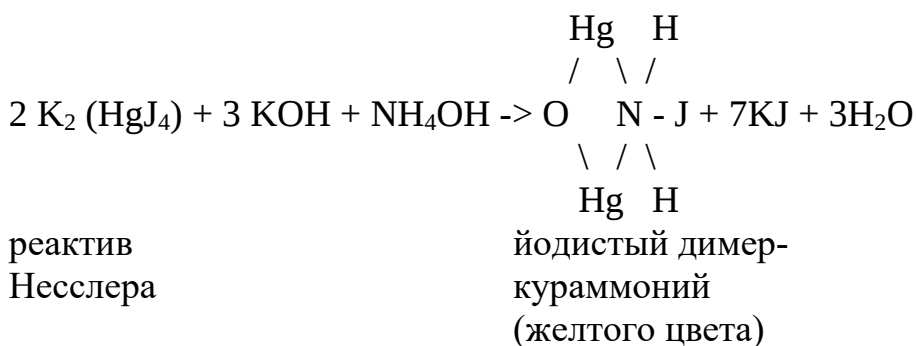
где X - содержание общего азота в объекте исследования, %;
6,25 - коэффициент пересчета общего азота на белок.

Определение массовой доли азота по Несслеру

При определении азота методом минерализации с последующим колориметрированием с реактивом Несслера исходный минерализат необходимо разбавить в 10 раз. Для этого отбирают 10 см³ минерализата в мерную колбу на 100 см³, доводят объем ее до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Нейтрализация. Пипеткой отбирают 1-4 см³ минерализата и нейтрализуют 0,5 моль/дм³ (0,5 н) раствором NaOH в присутствии фенолфталеина.

Колориметрирование. В мерную колбу на 50 см³ внести 1 см³ минерализата (разбавленного 1:10), объем щелочи 0,5 моль/дм³ раствора едкого натрия, пошедшей на нейтрализацию, затем дистиллированной водой до ³/₄ объема колбы, далее 2 см³ 50%-ного (500 г/дм³) раствора сегнетовой соли, 1 см³ реактива Несслера, долить объем колбы дистиллированной, безаммиачной водой до метки. Через 15 минут произвести колориметрирование, т.е. замерить оптическую плотность на ФЭК или СФ при длине волны 400 нм.



Приготовление стандартной шкалы

В мерные колбы на 50 мл внести 2,4,6,6,10,12,14 см³ стандартного раствора NH₄Cl, в 1 см³ которого содержится 0,005 мг азота. Затем во все колбы внести по 2 см³ 50%-ного раствора (500 г/дм³) сегнетовой соли и по 1 см³ реактива Несслера, через 15 минут довести до метки дистиллированной безаммиачной водой.

Согласно полученных данных вычерчивают калибровочную кривую.

Колориметрирование проводят на фотоколориметре при λ= 400 нм.

$$X = \frac{C V_1 V_2}{V_3 V_4 m} \cdot 100, \text{ мг/100 г} \quad (3)$$

где C – концентрация азота в рабочей колбе, определенная по калибровочному графику и соответствующая найденной оптической плотности (D), в мг;

V₁ - объем разведения, 100 см³ ;

V₁ - объем минерализата, 100 см³ ;

V₃ - объем минерализата, взятый для разведения, 10 см³;

V_4 - объем минерализата, взятый на колориметрирование;

m - навеска, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0.5 % для кормовой муки и 0.2 % для остальной продукции.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

3.2.3. Определение массовой доли жира экстракционным методом в аппарате Сокслета

Измельченную пробу массой $2 \div 5$ г, отвешенную с точностью не более 0.001 г, высушивают при температуре $100 \div 105$ °С (см. работа № 1, п. 3.2) и количественно переносят в пакет из фильтровальной бумаги размерами 8х9 см. Стенки бюксы протирают кусочком ваты, смоченном в растворителе, вату присоединяют к навеске в пакет. Пакет с навеской закрывают сгибанием открытого конца и перевязывают ниткой. Снаружи пакет нумеруют графитовым (простым) карандашом, помещают в ту же бюксу и высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре $100 \div 105$ °С. Высушенный пакет с пробой помещают в экстрактор 1 аппарата Сокслета (рис. 3). В экстрактор можно поместить несколько пакетов при условии, что в процессе экстракции все пакеты будут погружены в растворитель и хорошо им омыты. В колбу со шлифом 2 объемом 500 мл заливают растворитель в количестве $1.2 \div 1.3$ от емкости экстрактора, но не более 300 мл, колбу с растворителем соединяют с нижней частью экстрактора. Верхнюю часть экстрактора соединяют с холодильником 3 с водяным охлаждением. Конструкцию устанавливают на нагревательную поверхность 4, закрепляют на штативе 5, включают вентилем 6 подачу холодной воды и нагревательное оборудование 7 (электроплитку).

Экстракцию жира проводят в течение $10 \div 12$ часов. Интенсивность нагрева должна быть такой, чтобы в течение одного часа происходило не менее $5 \div 6$ и не более $8 \div 10$ сливаний растворителя. Окончание экстракции проверяют нанесением капли стекающего из экстрактора растворителя на часовое стекло. После испарения растворителя на стекле не должно оставаться жирного пятна.

По окончании экстракции пакет помещают в ту же бюксу и в течение $20 \div 30$ минут выдерживают в вытяжном шкафу для удаления растворителя. Затем высушивают в шкафу в течение $1 \div 3$ часов при температуре $100 \div 105$ °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0.001 г.

Массовую долю жира вычисляют по формуле (в %):

$$X_{\text{ж}} = (m_1 - m_2) \cdot 100 / m \quad (4)$$

где m — масса исследуемого образца, г;

m_1 — масса высушенных бюксы, пакета и образца до экстракции, г;

m_2 — масса высушенных бюксы, пакета и образца после экстракции, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0.5 %.

Вычисление проводят до первого десятичного знака.

3.2.4. Определение содержания минеральных веществ

Метод определения содержания минеральных веществ основан на полном сжигании органических соединений, удалении продуктов их сгорания и установлении оставшейся минеральной составной части.

Навеску исследуемого образца массой 5-7 г взвешивают в предварительно прокаленном до постоянной массы и взвешенном фарфоровом тигле с точностью до 0.0001 г, тигель с навеской устанавливают на электроплитку, обугливают до полного прекращения выделения дыма, затем помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 500-550 °С.

Прокаливание продолжают до тех пор, пока зола, окрашенная в белый, сероватый или желтоватый цвет, не будет иметь темных частиц несгоревшего угля.

Прокаленный тигель с золой охлаждают и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0.0001 г.

Массовую долю минеральных веществ вычисляют по формуле (в %):

$$X_{\text{ж}} = (m_2 - m_1) \cdot 100 / (m - m_1) \quad (5)$$

где m — масса тигля с образцом до прокаливания, г;

—

m_1 — масса пустого тигля, г;

—

m_2 — масса тигля с золой после прокаливания, г.

—

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0.5 %.

Вычисление проводят до первого десятичного знака.

4. Результаты исследования.

Анализ изучения химического состава объектов исследования оформляется в виде сводной таблицы 1.1.

После табл. 1.1 приводится вывод, в котором анализируются полученные данные и указывается к какому виду рыб (низкобелковым, белковым, высокобелковым, маложирным, жирным, высокожирным) относится данный вид рыбы.

Таблица 1.1 — Сравнительный химический состав и энергетическая ценность исследуемых объектов

Объект исследования	Содержание, %				Энергетическая ценность	
	воды (В)	белка (Б)	жира (Ж)	минеральных веществ (Мв)	ккал	кДж
красноперка						
килька						
линь						
атерина						
вобла						
карась						

Энергетическую ценность или калорийность определяют по формуле:

$$Q = Б \cdot K_1 \cdot x + Ж \cdot K_2 \cdot y + У \cdot K_3 \cdot z \quad (6)$$

где Б, Ж, У — содержание белка, жира, углеводов в сырье или продукте, %;

K_1, K_2, K_3 — количество энергии, выделяемой при окислении 1 г белка — 16.7 кДж/г (4.0 ккал/г), 1 г жира — 37.7 кДж/г (9.0 ккал/г), 1 г углеводов — 16.7 кДж/г (4.0 ккал/г) соответственно;

x, y, z — коэффициенты усвояемости: белка — 0.96, жира — 0.91, углеводов — 0.95 (в долях) соответственно.

Производят расчет коэффициента оводненности (O_B) как отношение количественного содержания белка (Б) к количественному содержанию воды (В) по формуле:

$$O_B = Б/В \quad (7)$$

Расчет коэффициента созревания ($K_{созр}$), как отношение количественного содержания жира (Ж), к количественному содержанию белка (Б) проводят по формуле:

$$K_{созр} = Ж/Б \quad (8)$$

Анализ изучения коэффициентов оводнённости и созревания мышечной ткани объекта оформляют в виде таблицы 1.2.

Таблица 1.2 — Степень оводненности и созревания мышечной ткани рыбы

Объект исследования	Степень	
	оводненности (O_B)	созревания ($K_{\text{созр}}$)

После табл. 1.2 приводится вывод, в котором анализируются полученные данные по оводнённости мышечной ткани и степени её созревания:

$O_B \leq 0.15$ — высокая оводнённость мышечной ткани;

O_B от 0.15 до 0.27 — нормальная оводнённость мышечной ткани;

$O_B \geq 0.27$ — низкая оводнённость мышечной ткани;

$K_{\text{созр}} < 0.175$ — слабосозреваемые — рекомендуется из сырья изготавливать солёносушёную продукцию;

$K_{\text{созр}}$ от 0.18 до 0.7 — среднесозреваемые — рекомендуется из сырья изготавливать вяленую продукцию;

$K_{\text{созр}} \leq 0,8$ — высокосозреваемые — рекомендуется изготавливать провесную или соленую продукцию.

Исходя из полученных данных, выбирается и обосновывается способ переработки исследуемого объекта для получения пищевой белковой, рыбной продукции.

Определение константы автопротеолиза

Константу автопротеолиза определяют по содержанию тирозина/азота концевых аминокислот в подготовленной пробе до и после термостатирования при температуре 40 °С в течение 1 часа.

Расчет константы автопротеолиза

Вычисляют прирост расщепленного белка в единицу времени (Р):

$$P = \frac{X_2 - X_1}{\tau}, \quad \frac{\text{мг/100г}}{\text{ч}} \quad (9)$$

где X_1 - содержание тирозина/азота концевых аминокислот в исходном сырье, мг/100 г;

X_2 - содержание тирозина/азота концевых аминокислот после термостатирования, мг/100 г;

τ - продолжительность термостатирования, час.

или константу автопротеолиза (К) по уравнению 1-го порядка:

$$K = \frac{1}{\tau} \ln \frac{100}{100 - X}, \quad (10)$$

где τ - продолжительность термостатирования, час.

X - количество расщепленного азота в процентах от общего;

$$X = \frac{X_2 - X_1}{OA - X_1} \times 100 \quad (11)$$

где: X_1 - содержание тирозина/азота концевых аминокрупп в исходном сырье, мг/100 г;

X_2 - содержание тирозина/азота концевых аминокрупп после термоста-тирования, мг/100 г;

ОА - содержание общего азота, мг/100 г.

Каждый студент в своем отчете приводит данные, полученные всеми студентами группы, в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Определение констант автопротеолиза

№ п/п	Наимено- вание вида рыбы	Константа автопротеолиза		
		целой рыбы	мышечной ткани	внутренно- стей

По константе автопротеолиза делают вывод об активности протеолити-ческих ферментов в зависимости от вида рыбы и определяют, к какой группе рыб (по способности к созреванию) относятся исследованные образцы.

Лабораторная работа № 2

Выбор технологической схемы изготовления продукта на основе исследованного химического состава объекта. Моделирование рациональной технологии изготовления консервированного продукта одним из способов обработки применительно к исследованному химическому составу объекта

1. Цель и задачи исследования

Цель: разработка технологии изготовления пищевой продукции.

Из поставленной цели вытекают следующие задачи:

- выбор способа обработки сырья;
- моделирование технологической схемы получения пищевого продукта в соответствии с установленными показателями характеристики мышечной ткани гидробионта.

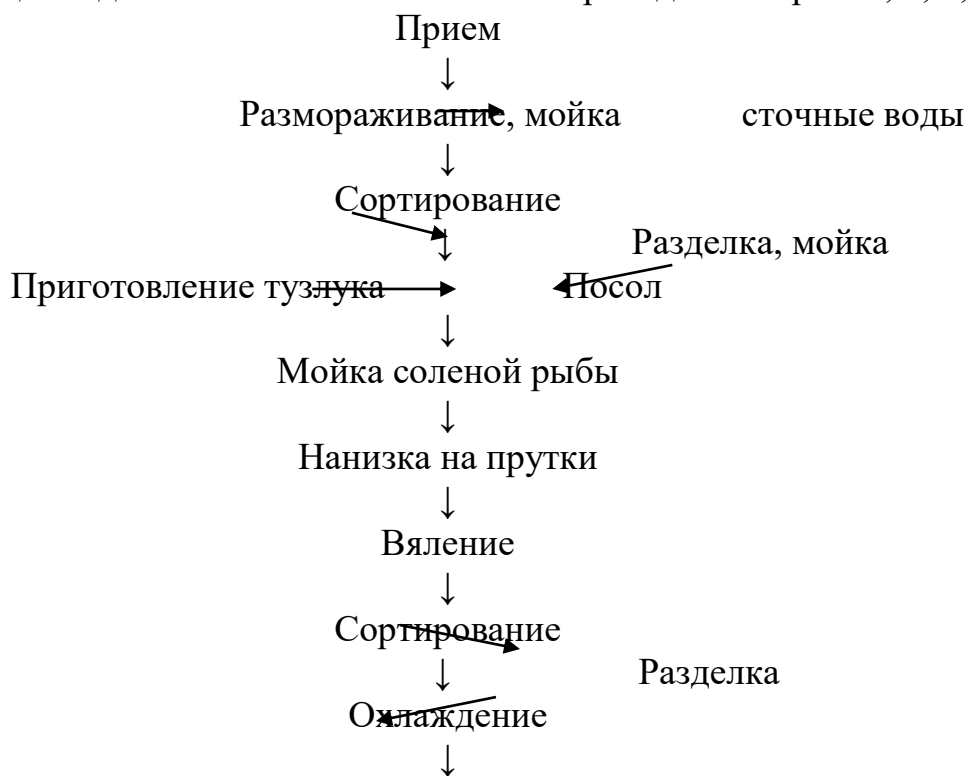
2. Объекты исследования

В качестве исследуемых образцов используются объекты промысла Астраханского региона: вобла, лещ, сазан, окунь, карась, килька, красноперка и другие виды рыб.

3. Моделирование технологической схемы приготовления пищевой продукции

Принцип разработки модели технологической схемы (ТС) сводится к выбору основного способа обработки: посол, вяление, копчение, сушка и т.д. Структуру ТС следует составлять по форме, приведённой в сборнике «Технологические инструкции по обработке рыбы».

Образцы моделей технологических схем приведены на рис. 4, 5, 6, 7.



Хранение

Рис. 4 — Модель технологической схемы вяленой продукции

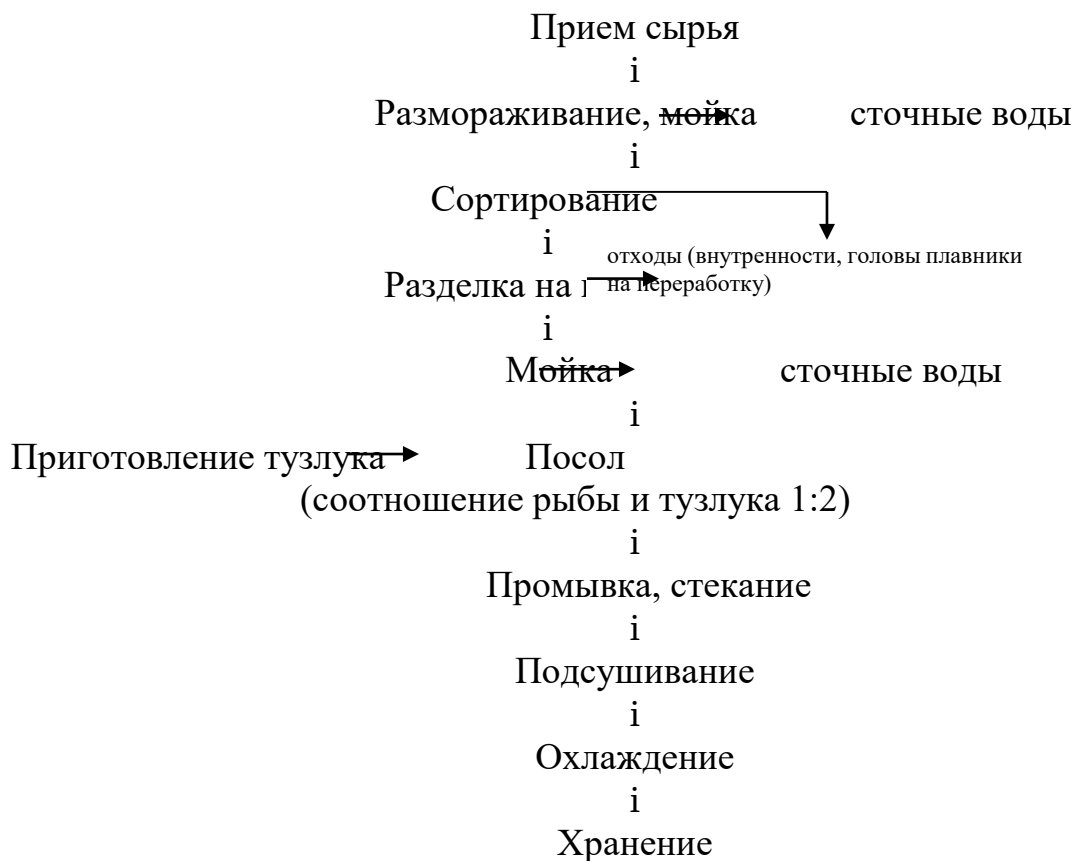
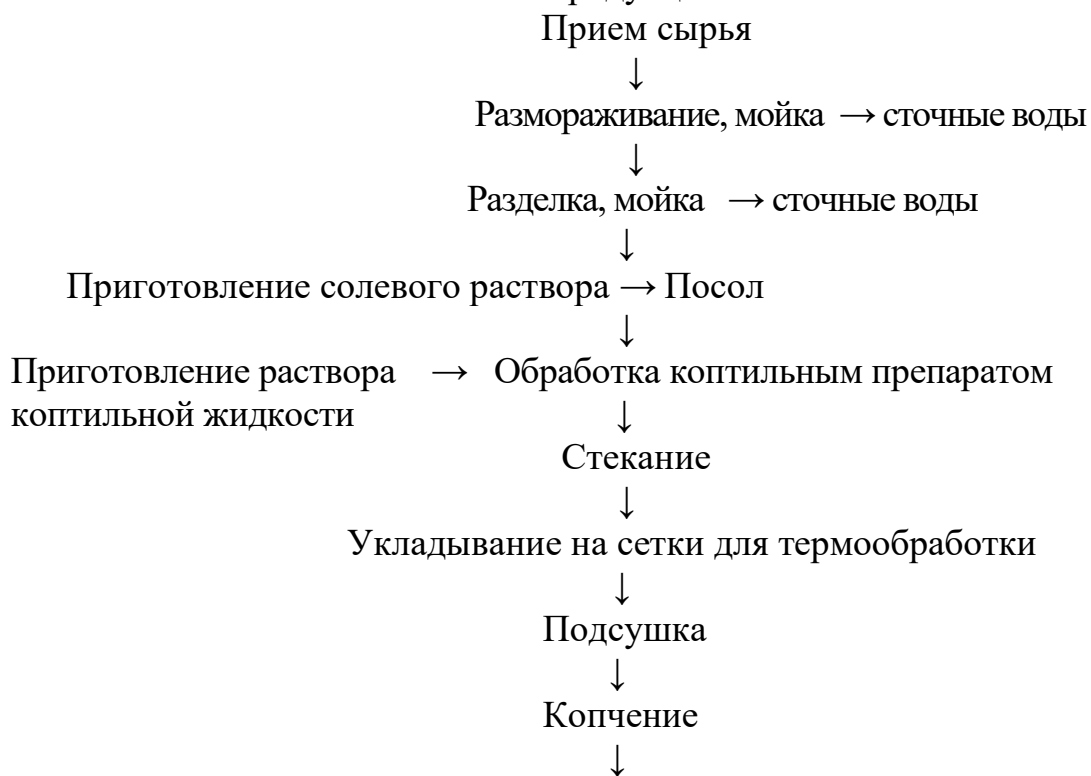


Рис. 5 — Модель технологической схемы солено-сушеной продукции



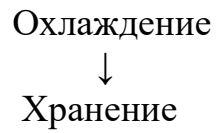


Рис. 6 — Модель технологической схемы изготовления копченой продукции

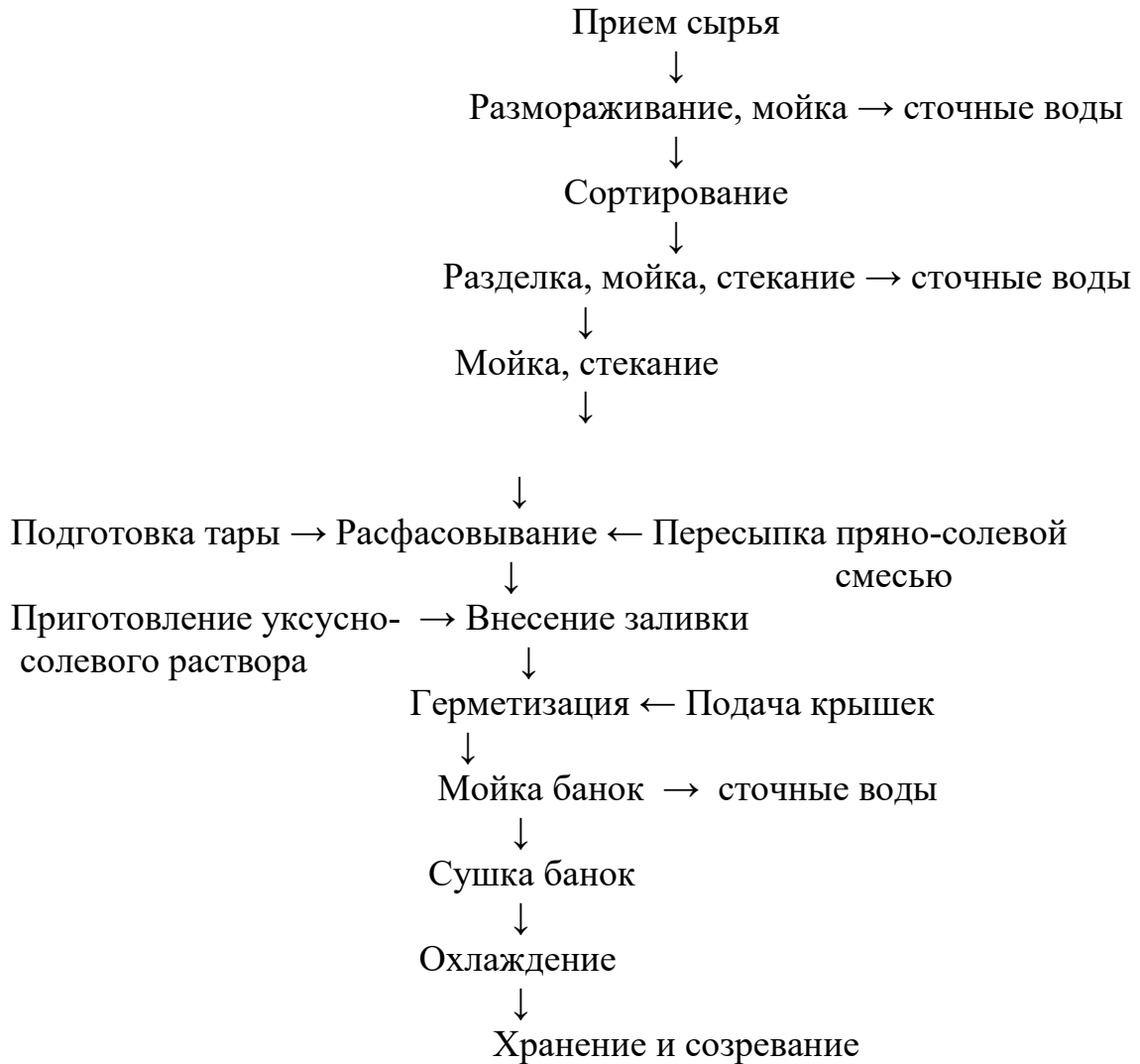


Рис. 7 — Модель технологической схемы изготовления пресервов

Лабораторная работа № 3

Изготовление опытного образца с применением выбранного способа обработки в соответствии с разработанной моделью технологии

Благодаря высокой пищевой и биологической ценности, вкусовым качествам рыба широко применяется в повседневном рационе, а также в детском и диетическом питании. По пищевой ценности мясо рыбы не уступает мясу теплокровных животных, а во многих отношениях даже превосходит его.

Сегодня пища наших соотечественников еще во многом не отвечает требованиям, предъявляемым к здоровому питанию. Изучая концепцию развития рыбообрабатывающей промышленности на перспективу, следует учитывать и фактор различных заболеваний, противодействие которому во многом связано с увеличением потребления растительной пищи, а также рыбных продуктов, богатых ценными белками и биологически активными высоконепредельными жирами, выполняющими профилактическую функцию предупреждения различных заболеваний. Возрастание значимости рыбных продуктов и растительной пищи может привести к существенному увеличению производства комбинированных продуктов, а, следовательно, и к расширению ассортимента продуктов питания.

Рыбные продукты — хороший источник минеральных веществ. С целью обогащения продуктов минеральными веществами рекомендуются методы обработки, направленные на комплексное использование всех частей тела рыбы, в том числе костей, в которых содержание минеральных веществ выше, чем в других тканях, поэтому для приготовления солено-сушеной, копченой продукции из мелких видов рыб разделывание чаще не применяют.

1. Цель и задачи исследования

Цель: изготовление опытных образцов рыбных продуктов.

Из поставленной цели вытекают следующие задачи:

- подготовка опытных образцов и вспомогательных материалов;
- изготовление белковой продукции в соответствии с выбранной технологической схемой переработки гидробионта.

2. Объекты исследования

В качестве исследуемых образцов используются объекты промысла Астраханского региона: вобла, лещ, сазан, окунь, карась, килька, красноперка и другие виды рыб.

3. Необходимое оборудование и инструменты:

- доска разделочная;
- нож разделочный;
- мясорубка бытовая по ГОСТ 4025-78;
- ручное закаточное устройство типа «Констар».

4. Изготовление разных видов продукции из рыбного сырья

4.1. Описание изготовления опытных образцов вяленой рыбной продукции

Рыбу размораживают, моют водой с температурой 15 °С (соотношение рыбы и воды 1:2), сортируют. Крупную частиковую рыбу направляют на разделывание, некрупную рыбу, подлежащую вялению в целом виде, направляют на посол. Посол в зависимости от ассортимента продукции осуществляют сухим (сухой солью), мокрым (тузлучным) или смешанным способами (см. ТИ № 87 «Инструкция по изготовлению вяленой рыбы»).

Посол при производстве кильки вяленой осуществляют тузлучным способом при плотности тузлука 1.13-1.2 г/см³, соотношении тузлука и рыбы 2:1 соответственно при температуре 15 °С в течение 30 минут. Рекомендуется при посоле каспийской кильки во избежание окисления жира рыбы при вялении добавлять в солевой раствор коптильной жидкости в количестве 5 % от массы солевого раствора. Коптильную жидкость готовят из коптильного препарата путём разведения его холодной водой в соотношении 1:7 или без предварительного разведения в соотношении, которое рекомендуется инструкцией по использованию конкретного коптильного препарата.

После посола мелкую рыбу ополаскивают чистой пресной водой и, не задерживая, направляют на вяление в сушильный шкаф с искусственной циркуляцией воздуха. Рыбу раскладывают ровным слоем на решетки сушильной камеры. Вяление осуществляют искусственным способом при температуре 28 °С в течение 15 часов (для кильки) при циркуляции воздуха от 0.5 до 5.0 м/с. Для остальных видов рыб продолжительность устанавливается в зависимости от её размера, жирности и вида разделки.

Упакованную в пакеты вяленую рыбу хранят при температуре от 0 до минус 5 °С и относительной влажности не более 75 %. Срок хранения вяленой продукции не более 2 месяцев.

4.2. Описание изготовления опытных образцов соленой рыбной продукции

При изготовлении соленой рыбной продукции используют чаще сырьё с содержанием жира более 5 %, обладающее способностью к созреванию, например каспийскую кильку, атерину, сельдь и т.п.

Мороженную рыбу размораживают в воде или воздушным способом, в последнем случае промывают холодной водой. В зависимости от вида рыбы и конечного продукта сырьё не разделывают или разделывают на тушку с отделением чешуи, головы, хвостового плавника и внутренностей, разделанную рыбу промывают от остатков чешуи, брюшной пленки и сгустков крови водой с температурой 15 ± 5 °С в течение 5-7 мин. После мойки осуществляют посол одним из известных способов согласно требованиям ТИ №№ 26, 55 [11]. Продолжительность процесса зависит от вида рыбы и способа посола. Готовую соленую продукцию упаковывают в мелкую тару и направляют на хранение при температуре от минус 6 до 2 °С.

4.3. Описание изготовления опытных образцов копченой рыбной продукции

Рыбу размораживают проточной или сменяемой водой температурой не выше 20 °С при соотношении 2:1. Размораживание заканчивают при достижении температуры в толще тела рыбы от минус 2 до 0 °С.

При обработке мелких видов рыб применяют тузлучный способ посола в солевом растворе плотностью 1,18-1,20 г/см³ и температурой не выше 15 °С, при соотношении солевого раствора и рыбы не менее 2:1. Продолжительность просаливания от 20-30 мин до 1.5 часа. По окончании процесса посола рыбу ополаскивают чистой водой, выдерживают на сите в течение 15-20 минут для стекания излишков воды, обрабатывают раствором коптильного препарата в течение 10 с при соотношении 1:2, раскладывают на сетки, подсушивают и термически обрабатывают (копят) при температуре воздуха 20-25 °С на начальном этапе, постепенно повышая температуру до 25-30 °С. Окончание копчения устанавливают по органолептическим показателям рыбы и массовой доли влаги в мясе рыбы, руководствуясь требованиями стандартов.

Упакованную в пакеты рыбу холодного копчения хранят при температуре от 0 до минус 5 °С и относительной влажности не более 75 %. Срок хранения не более 2 месяцев.

4.4. Описание изготовления опытных образцов пресервной рыбной продукции

Рыбные пресервы – это нестерильные продукты, укупоренные в жестяную, полиэтиленовую, стеклянную или другую тару, консервированные поваренной солью с добавлением в ряде случаев уксусной кислоты или антисептиков минерального или органического происхождения, обладающих бактерицидными свойствами. К одним из видов рыбной пресервной продукции относятся различные пасты.

Пастообразные рыбные продукты издавна пользуются популярностью в Японии: существует множество рецептов приготовления традиционного пастообразного японского продукта — камабоко. Почти все пастообразные рыбные продукты в Японии вырабатываются на небольших предприятиях, за исключением нескольких крупных заводов. Эти мелкие предприятия держат в секрете рецепты приготовления пастообразных продуктов, в особенности камабоко высшего качества. Наиболее популярно в Японии камабоко, обработанное паром, имеющее мясо белого цвета. Данный продукт не предназначен для длительного хранения. Готовят и жареное камабоко, когда к растертой рыбной пасте в качестве одной из приправ добавляют сладкое сакэ и обжаривают продукт на огне до приобретения им темно-коричневого цвета.

При изготовлении пресервной пасты рыбу разделяют на обесшкуренное филе: удаляют чешую, снимают филе с кожей, затем отделяют от кожи мясо, которое промывают. После мойки и стекания излишков воды филе направляют на грубое измельчение. Грубоизмельченный фарш смешивают с другими компонентами согласно рецептуре (табл. 3.1).

Таблица 3.1 — Рецептуры рыбных пресервных паст

Наименование компонента	Количество, г/100 г смеси, для пасты			
	Ра- дуга	Вита- минка	Север- ная	Сюрприз
Фарш рыбный	38.5	64.1	72.0	50.0
Мясо речного рака варено-мороженое	38.5	—	—	25.0
Маргарин	21.0	9.6	18.6	19.2
Кислота лимонная	0.1	0.24	0.2	—
Томатная паста	—	6.7	4.5	—
Подсолнечное масло	—	9.6	—	—
Сахар-песок	—	7.8	4.5	1.8
Корица	—	0.093	0.1	—
Перец черный	—	0.003	—	—
Душистый перец	—	0.005	—	—
Гвоздика	—	0.005	—	—
Аскорбиновая кислота	—	0.1	0.1	0.1
Соль поваренная	1.9	1.5	2.0	3.8

Приготовленную пасту фасуют в банки, банки герметизируют, моют и направляют на хранение при температуре 0 °С для осуществления процесса созревания. Банки и крышки предварительно стерилизуют в кипящей воде в течение 10-15 минут.

4.5. Описание изготовления опытных образцов рыбных экструдатов

В основу технологических процессов выделения изолятов и концентратов входит различие в растворимости белков пищевого сырья и имеет непосредственное отношение к качеству многих пищевых продуктов. Важное значение растворимости белков заключается в повышении качества пищевых продуктов, в производстве которых предусмотрен их гидролиз (автолиз) и денатурация (начальные технологические стадии, сушка и хранение). Потеря растворимости, как правило, сопровождается изменением и других важных функциональных свойств, что в значительной мере отражается на качестве продуктов и степени перевариваемое белка в желудочно-кишечном тракте. Особые требования к растворимости белков предъявляются при использовании последних в производстве напитков, хлебных, мучных кондитерских и макаронных изделий. В напитках применяются белки с высокой растворимостью, в изделиях из муки — с низкой. Применение белков с чрезмерно высокой растворимостью в составе хлебопекарных улучшителей отрицательно отражается на эластично-вязкоупругих свойствах теста. Незначительное количество растворимого белка должно содержаться в текстурированных формах белка, зерновых продуктах, приготовленных высокотемпературной экструзией, и макаронных изделиях. На рис. 8 приведена технологическая схема изготовления экструдатов.

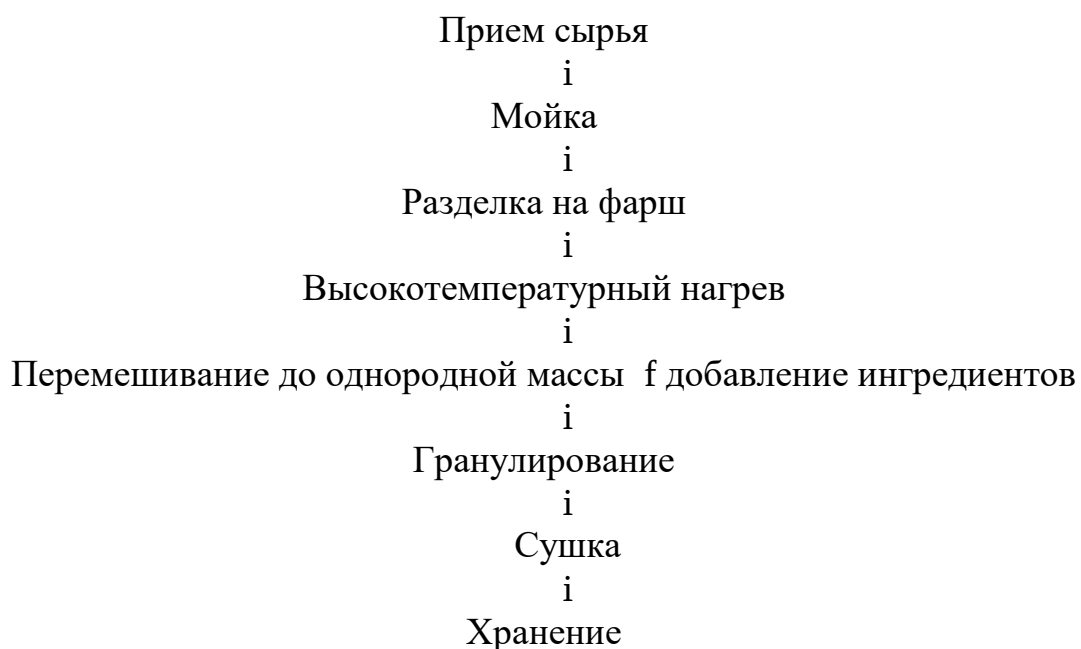


Рис. 8 — Технологическая схема получения сухих экструдатов из модифицированного фарша

Образцы исследуемых продуктов были получены по рецептуре, представленной в табл. 3.2.

Таблица 3.2 — Рецептура рыборастворительной смеси для приготовления сухих экструдатов

Наименование компонента	Количество, %			
	по рецептуре № 1	по рецептуре № 2	в витаминизированном экструдате	в сладком экструдате
Фарш рыбный	41.0	38.0	29.0	39.3
Растительное масло	3.0	4.0	12.5	4.5
Специи	0.8	—	—	—
Мука пшеничная 1 с.	53.0	56.0	57.0	49.6
Сахарная пудра	—	—	—	5.5
Витамин С (аскорбиновая кислота)	—	—	0.1	—
Лимонная кислота	—	—	—	0.03
Соль поваренная	2.2	2.0	1.4	1.1

При изготовлении экструдата по рецептуре № 1 рекомендуется использовать смеси специй, в состав которых могут быть включены в разных пропорциях молотые черный и душистый перец, гвоздика, куркума, корица.

Изготовленные образцы экструдатов фасуют в полимерные пакеты и укладывают на хранение при температуре 5-7 °С.

Лабораторная работа № 4

Исследование качества изготовленного продукта перед хранением

1. Цель и задачи исследования

Цель: изучение изменения качества опытных образцов рыбных белковых продуктов для установления срока их хранения.

Из поставленной цели вытекают следующие задачи:

- изучение органолептических и физико-химических показателей качества опытных образцов и их изменение в процессе хранения;
- установление режима и сроков хранения опытного образца продукта;
- дегустационная оценка изготовленных образцов.

2. Объекты исследования и методы исследования

2.1. Объекты исследования

В качестве исследуемых образцов используются изготовленные по выбранной технологии белковые рыбные продукты.

2.2. Методы исследований

Определение органолептических показателей качества сырья, полуфабриката, готового продукта проводятся в соответствии с требованиями ГОСТ 7631-85.

Определение физико-химических показателей — содержание воды, белка, жира, минеральных веществ, общего азота (АО), формольнотитруемого (ФТА) или аминного азота, осуществляется в соответствии с требованиями с ГОСТ 7636-85.

При определении содержания небелкового азота (НБА) применяют методику Лазаревского. Содержание поваренной соли осуществляется в соответствии с НД. Определение общей кислотности осуществляется в соответствии с НД.

3. Порядок проведения исследований

3.1. Необходимое оборудование и инструменты:

- доска разделочная;
- нож разделочный;
- фильтровальная бумага;
- шкаф сушильный;
- весы аналитические класса 4 с пределом измерения от 0 до 100 г;
- перемешивающее устройство типа ПЭ-6300М;
- плита газовая;
- установка для минерализации органических веществ;
- аппарат для отгонки паров аммиака;
- аппарат экстракционный (аппарат Сокслета);
- перекись водорода (х. ч.) 5;
- смешанный индикатор (Таширо);

- H_2SO_4 ч. или х. ч., 0.02 н раствор;
- H_2SO_4 ч. или х. ч., конц.;
- NaOH ч. д. а., прокипяченный 33 %-ный раствор;
- KOH ч. д. а., 0.02 н раствор;
- KOH ч. д. а., 0.1 н раствор;
- AgNO_3 х. ч., 0.1 н раствор;
- $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ч. д. а., насыщенный раствор;
- фенолфталеин ч. д. а., 1%-ный спиртовой раствор;
- тимолфталеин ч. д. а., 1 %-ный спиртовой раствор;
- нейтральный красный (нейтральрот) х. ч. и метиловый синий х. ч. (индикатор № 1);
- тимоловый синий ч. д. а. по ТУ 6-09-5437-90 и фенолфталеин ч. д. а. по ГОСТ 5850-72 (индикатор № 2);
- формалин х. ч. или ч., 40 %-ный раствор;
- трихлоруксусная кислота х. ч., 5 %-ный раствор;
- растворитель (петролейный эфир х. ч. или 1,2-дихлорэтан х. ч.);
- вода дистиллированная безаммиачная;
- вода дистиллированная.

3.2. Определение органолептических и физико-химических показателей готового продукта, химического состава

3.2.1. Установление органолептических и физических показателей белковых продуктов из рыбного фарша

В органолептические показатели образцов белковых продуктов включают внешний вид, консистенция, запах, вкус, цвет, форма продукта. Полученные результаты заносят в таблицу формы 4.1.

Таблица 4.1 — Сравнительная характеристика показателей качества образца

Показатель	Характеристика показателя	
	исходного образца	после созревания
Внешний вид		
Консистенция		
Цвет		
Запах		
Вкус		
Масса единицы образца, г		

При определении физических показателей устанавливают размеры формованного продукта, среднюю массу единицы образца.

3.2.2 Установление химических показателей **Определение содержания воды**

Определение массовой доли воды в образце осуществляют стандартным (арбитражным) методом по ГОСТ 7636-85, описанном в п. 3.2.1. (лабораторная работа № 1).

Определение содержания общего азота методом Кьельдаля по ГОСТ 7636-85 на установке «Vapodest-3»

Определение содержания ОА в образце осуществляют по ГОСТ 7636-85, описанном в п. 3.2.2. (лабораторная работа № 1).

Определение тирозина

Определение содержания тирозина основано на цветной реакции с реактивом Фолина.

Техника работы:

В две конические колбы (емкостью 100 см³) взвешивают по 10 г подготовленной пробы рыбного фарша с точностью 0,1 г, подогревают содержимое колб до температуры 40 °С на водяной бане (температура воды в бане 45-50°С).

Затем одну колбу (колба № 1) помещают в термостат, выдерживают 1 час при температуре 40°С. Во вторую колбу (колба № 2) наливают 10 см³ воды и быстро коагулируют белок, поставив колбу на газ на 1-2 мин. Затем содержимое колбы с помощью воды, количество которой не должно превышать 75 см³, переносят в мерную колбу на 100 см³, охлаждают, настаивают при периодическом перемешивании в течение 20 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

После термостатирования первой колбы в нее также наливают 10 см³ воды и быстро коагулируют белок, поставив колбу на газовую горелку на 1-2 мин. Затем содержимое колбы с помощью воды, количество которой не должно превышать 75 см³, переносят в мерную колбу на 100 см³, охлаждают, настаивают при периодическом перемешивании в течение 20 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

В конические колбы на 100 см³ отбирают по 10 см³ приготовленных фильтратов (колбы № 1 и № 2) и в каждую прибавляют равный объем (10 см³) 5%-ного раствора трихлоруксусной кислоты для осаждения белка. Через 20 мин растворы колб фильтруют через бумажные фильтры. Полученные фильтраты используют для определения тирозина (X_1) в исходном сырье.

Определение тирозина

В мерную колбу емкостью 50 см³ вносят 1-4 см³ фильтрата, добавляют 10 см³ 0,5 Н раствора гидроокиси натрия и 3 см³ рабочего раствора Фолина. Между внесением реактивов добавляют небольшое количество дистиллированной воды. Доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Через 15 мин окраску рабочей колбы сравнивают с окраской стандартной шкалы или колориметрируют на ФЭК или фотоколориметре при длине волны 750 нм.

Построение калибровочного графика. Для приготовления стандартной шкалы применяют раствор тирозина, в 1 см³ которого содержится 0,0362 мг тирозина.

В мерные колбы на 50 см³ вносят соответственно 0,1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 см³ стандартного раствора тирозина, по 10 см³ 0,5 Н раствора гидроокиси натрия и по 3 см³ реактива Фолина. Между внесением реактивов добавляют небольшое количество воды. Объем в колбах доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Точно после 15 минут измеряют оптическую плотность Д на ФЭК или СФ при длине волны 670-750 нм относительно раствора, не содержащего стандартный раствор тирозина. Строят калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации тирозина.

Содержание тирозина в мг на 100 г мышечной ткани рассчитывают по формуле (при визуальном колориметрировании):

$$X = \frac{n \cdot 0,0362 \cdot V_1 \cdot 2}{V_2 \cdot M} \times 100, \quad (1)$$

где n - количество см³ стандартного раствора в колбе шкалы, окраска которой соответствует рабочей колбе;

0,0362 - содержание тирозина в 1 см³ стандартного раствора, мг;

V₁ - общий объем вытяжки, см³;

V₂ - объем фильтрата, взятый на колориметрирование, см³;

M - масса фарша, взятого на приготовление вытяжки, г;

2 - коэффициент, учитывающий разведение вытяжки трихлоруксусной кислотой;

100 - пересчет на 100 г мышечной ткани.

При колориметрировании на ФЭКе или спектрофотометре, содержание тирозина рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_1 \cdot 2}{V_2 \cdot M} \times 100, \text{ (мг/100г)} \quad (2)$$

где C - концентрация тирозина в рабочей колбе, определенная по калибровочному графику, мг.

Азот тирозина вычисляют по формуле:

$$AT = X \cdot 0,0773 \text{ мг/100 г.}$$

где: X - содержание тирозина, в мг на 100 г;

0,0773 - доля азота в молекуле тирозина.

3.1.2. Определение азота концевых аминогрупп (формольно-титруемого азота)

Сущность метода: определение азота концевых аминогрупп основано на способности формалина блокировать концевые аминогруппы. После чего карбоксильные группы оттитровываются щелочью. При этом необходимо титрование заканчивать при pH=9 (с помощью pH-метра или соответствующих индикаторов).

Техника работы:

В две конические колбы (емкостью 100/250 см³, 10%-ная вытяжка) взвешивают по 10 г/25 г подготовленной пробы рыбного фарша с точностью 0,1 г, подогревают содержимое колб до температуры 40 °С на водяной бане (температура воды в бане 45-50°С). Затем одну колбу (колба № 1) помещают в термостат, выдерживают 1 час при температуре 40°С. Колбу № 2 с навеской сразу направляют на определение азота концевых аминогрупп.

Для приготовления фильтрата на определение азота концевых аминогрупп содержимое колб количественно переносят соответственно в мерную колбу на 100 см³ /250 см³ в зависимости от массы взятой навески (10% ная вытяжка), доливают ¾ объема водой, быстро прогревают на сильном огне до кипения (время прогрева до 100 °С 5-6 мин). После чего производят настаивание в течение 20 мин при периодическом взбалтывании, далее содержимое колбы охлаждают, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр. Для определения необходимо подготовить 3 конические колбы на 250 см³. В колбу №1 помещают 20 см³ фильтрата, 0,8-1 см³ индикатора №2 и 10 см³ 40% раствора формалина. Полученный раствор оттитровывают 0,1н раствором щелочи до перехода окраски из желтой до сиренево-розовой (рН=9,0). В колбу №2 помещают 20 см³ фильтрата, 0,8-1 см³ индикатора №2 и 0,5 см³ индикатора №1. полученный раствор оттитровывают щелочью до перехода окраски из синей до сине-зеленой. В колбе №3 производят нейтрализацию формалина и воды, для этого в колбы помещают 20 см³ воды, 0,8-1 см³ индикатора №2 и 10 см³ формалина. Полученный раствор оттитровывают 0,1н щелочью до перехода окраски из желтой до сиренево-розовой.

Расчетная формула:

$$X=(V_1-V_2-V_3)*K*B*V_4*100/V_5*G, \text{ мг/100 г} \quad (3)$$

где: V_1 – количество см³ 0,1 н раствора щелочи, пошедшей на титрование в колбе №1;

V_2 – количество см³ 0,1 н раствора щелочи, пошедшей на нейтрализацию фильтрата в колбе №2;

V_3 – количество см³ 0,1 н раствора щелочи, пошедшей на нейтрализацию формалина и воды в колбе №3;

K – поправочный коэффициент для 0,1 н КОН;

B – эквивалентное количество искомого вещества в г, которое реагирует с 1мл титруемого раствора, *равное 1,4*;

V_4 – объем колбы разведения (100 см³ или 250 см³), см³;

V_5 – объем фильтрата, взятого на титрование, см³;

G – масса навески, г;

100 – пересчет на 100 г.

Определение небелкового азота (НБА) методом титрования и отгона

Небелковый азот характеризует протеолитический распад белка. К небелковым относятся вещества, неосаждаемые 5% раствором трихлоруксусной кислоты (ТХУ). Как правило, в мясе содержится 10-12% небелкового

азота от общего. Небелковые вещества минерализуют в серной кислоте в присутствии катализаторов. Затем проводят отгонку аммиака паром и улавливают его титрованным раствором серной кислоты.

Техника работы:

Навеску исследуемого материала в количестве 25 гр. тщательно растирают в ступке с 50 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 250 см³ (таким образом приготавливают 10 % -ную вытяжку), доливают 3/4 объема водой, настаивают при интенсивном взбалтывании в течение часа, доливают до метки, перемешивают, далее фильтруют через один слой марли, затем через сложенную в четверо слой марли. Из полученного раствора берут 20 см³ вытяжки и добавляют 20 см³ 5% трихлоруксусной кислоты (ТХУ). Дают настояться в течение 30 мин. Полученный раствор отфильтровывают через бумажный фильтр. Затем 10 см³ фильтрата наливают в колбу Къельдаля, приливают 10 см H₂SO₄ и в качестве катализатора добавляют таблетку из смесей сульфата меди и сульфата калия или перекись водорода, закрывают воронкой и ставят на систему для минерализации.

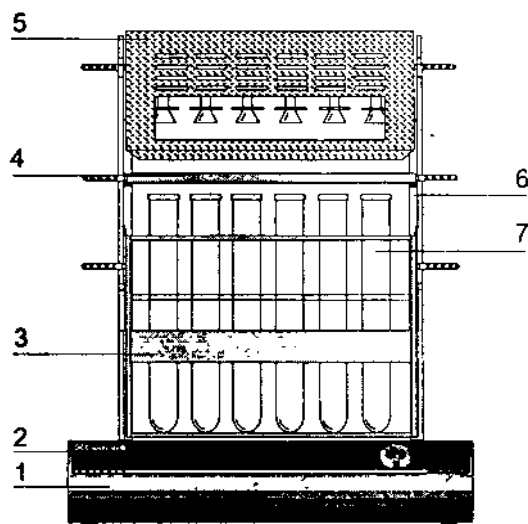


Рис. 1. TURBOTHERM

- 1 - Нагревательный блок
- 2 - Панель управления
- 3 - Вставной штатив для реакционных сосудов
- 4 - Каплеулавливающий поддон
- 5 - Вытяжная система
- 6 - Двухъярусная стойка
- 7 - Пробирки для разложения

После минерализации количественно переносят минерализат в мерную колбу на 100 см³, охлаждают, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной безаммиачной водой. Отгон производят паром (до 150 см³) на системе «Vododest». В реактор наливают 20 см³ минерализата, в приемник – 30 см³ 0,02 н. H₂SO₄ и 5 капель смешенного индикатора. Избыток кислоты оттитровывают 0,02 н КОН до перехода окраски в грязно-зеленый цвет.

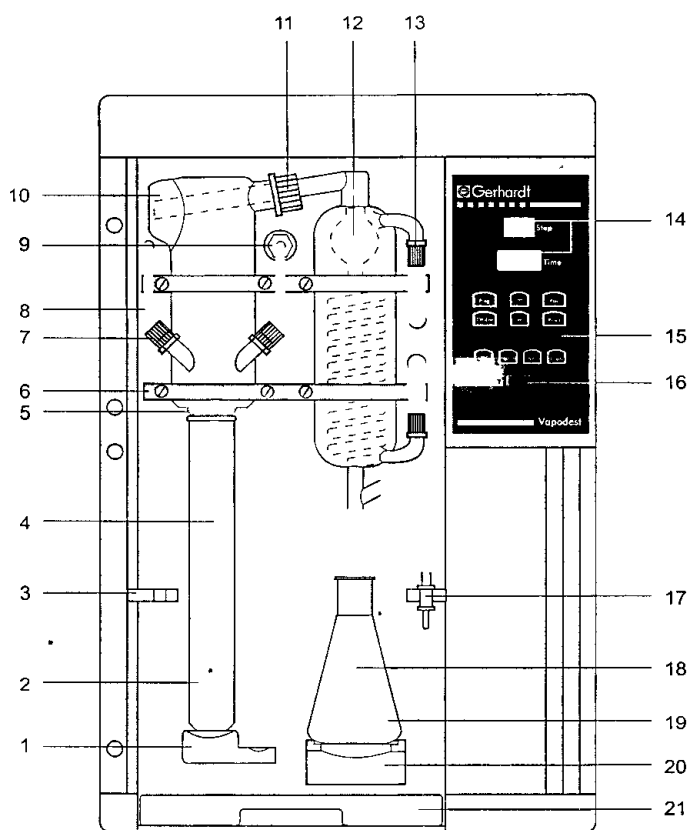


Рис.2. Vapodest-30

1 - Прижимное устройство для установки колбы или пробирки; 2 - Пробирка KTG/KMT, 250/100 мл или колба Кьельдаля на 500/750 мл с широким горлом; 3 - Держатель для шланга входа водяного пара; 4 - Шланг входа водяного пара, тефлон; 5 - Конический уплотнитель; 6 - Зажим для стеклоизделий; 7 - Резьбовое соединение деталей Ø 18 мм с силиконовой прокладкой; 8 - Шланг ввода раствора NaOH, тефлон; 9 - Резьбовое соединение шланга ввода водяного пара с парогенератором; 10 - Каплеулавливающая насадка, стекло; 11 - Резьбовое соединение деталей Ø 32мм с силиконовой прокладкой; 12 - Холодильник для конденсации паров; 13 - Резьбовое соединение деталей Ø 14мм; 14 - Дисплей; 15 - Клавиатура, химически стойкий пластик; 16 - Сетевой выключатель; 17 - Клапан вентиляции; 18 - Шланг выхода дистиллята, 8/12 мм, силикон; 19 - Приемная емкость, обычно коническая колба; 20 - Основание для установки приемной емкости; 21 - Поддон для сбора пролитой жидкости

Расчетная формула:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot B \cdot V_3 \cdot V_5 \cdot 2}{V_4 \cdot m \cdot V_6} \cdot 100 \quad (4)$$

где V_1 - количество 0,02 КОН, пошедшее на титрование в контрольном опыте, см³;

V_2 - количество 0,02 КОН, пошедшее на титрование в рабочем опыте, см³;

K - поправочный коэффициент для 0,02н КОН;

B - эквивалентное количество вещества, взятое на конкретное определение навески в 100 гр., равное 0,00028;

V_3 - объем колбы разведения, см³;

V_4 - объем минерализата, взятого на отгон, см³;
 2 - коэффициент, учитывающий разведение вытяжки ТХУ
 V_5 - объем минерализата, см ;
 V_6 - объем вытяжки, взятый на минерализацию, см³;
 m - масса навески, г.;
 100 - пересчет на 100 г.

Колориметрический метод

Минерализация. Минерализацию проводят также, как при определении небелкового азота стандартным методом.

После минерализации колбу охлаждают, содержимое ее количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу на 100 см³, охлаждают, доводят до метки, перемешивают.

Нейтрализация. В химический стаканчик вносят 2÷4 см³ минерализата, добавляют 4-5 капель фенолфталеина, нейтрализует, добавляя по каплям 0,5 Н раствор гидроокиси натрия до появления розовой окраски. Объем 0,5 NaOH, пошедший на нейтрализацию, записывают.

Колориметрирование. В мерную колбу емкостью 50 см³ вносят 1-4 см³ минерализата и объем 0,5 Н NaOH, пошедший на нейтрализацию, доводят объем колбы до 2/3 свежeproкипяченной дистиллированной водой. Затем вносят 1 см³ 50%-ного раствора сегнетовой соли (KNaC₄H₄O₆) для предупреждения выпадения в осадок ионов кальция и магния и 2 см³ реактива Несслера, доводят объем колбы дистиллированной водой (предварительно прокипяченной) до метки, перемешивают. Точно через 15 минут производят колориметрирование на спектрофотокolorиметре при длине волны 400 нм. Интенсивность окраски зависит от количества небелкового азота.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы на 50 см³ вносят: 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 см³ стандартного раствора хлористого аммония, в 1 см³ которого содержится 0,005 мг азота, доводят объем колбы до 2/3 дистиллированной водой (предварительно прокипяченной), затем вносят 1 см³ 50%-ного раствора сегнетовой соли и 2 см³ реактиве Несслера, доводят объем колбы дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Точно через 15 минут измеряют оптическую плотность на ФЭК или СФ при длине волны 376 нм.

Контролем служит колба № 1 шкалы. Строят график зависимости концентрации азота (С) от оптической плотности (Д).

Содержание небелковых азотистых веществ рассчитывает в процентах по формуле:

$$X = \frac{2 \cdot C \cdot V \cdot V_3 \cdot 100}{M \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 1000}, \quad (5)$$

Где С - концентрация азота, определенная по калибровочному графику и соответствующая Д;

V_3 - общий объем минерализата, см^3 ;

V - объем колбы, в которой готовилась вытяжка на определение растворимости белков, см^3 ;

V_1 - объем фильтрата, взятый на минерализацию, см^3 ;

V_2 - объем минерализата, взятый на колориметрирование, см^3 ;

M - масса фарша рыбы, взятая на определение растворимости белков, гр;

1000 - пересчет концентрации азота, в г.

Примечание: При визуальном колориметрировании содержание небелкового азота в процентах рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{0,005 \cdot n \cdot 2 \cdot V \cdot V_3 \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot M \cdot 1000}, \quad (6)$$

Где 0,005 - содержание азота в 1 см^3 стандартного раствора хлористого аммония, мг;

n - количество см^3 стандартного раствора хлористого аммония в колбе шкалы, с которой совпала окраска рабочего раствора.

Содержание небелкового белка выражают в процентах от общего азота:

$$X_1 = \frac{X}{\text{ОА} \cdot 6,25} \cdot 100, \quad (7)$$

Где X - содержание небелкового азота, %;

ОА - содержание общего азота, в %.

Определение азота летучих оснований (АЛО) методом отгона и титрования

Свободные и связанные летучие основания отгоняют с паром. Образующийся аммиак взаимодействует с серной кислотой. Избыток серной кислоты оттитровывают щелочью.

Техника работы:

Навеску фарша в количестве 25 гр и количественно переносят в мерную колбу на 250 см^3 , доливают $\frac{3}{4}$ объема водой и настаивают в течение 30-35 минут, затем доливают дистиллированной аммиачной водой до метки. Полученный раствор фильтруют через ватно-марлевый фильтр. После этого 10 см^3 фильтрата переносят в колбу Къельдаля, доливают 10 см^3 H_2SO_4 и в качестве катализатора добавляют таблетку из смесей сульфата меди и сульфата калия, закрывают воронкой и ставят на систему для минерализации. После минерализации количественно переносят минерализат в мерную колбу на 100 см^3 , охлаждают, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной безаммиачной водой. Отгон производят паром (до 150 см^3) на системе «Vododest» (рис.1,2). В реактор наливают 20 см^3 минерализата, в приемник - 30 см^3 0,02н.

H₂SO₄ и немного смешенного индикатора. Избыток кислоты оттитровывают 0,02н. КОН до перехода окраски в грязно-зеленый цвет.

Расчетная формула:

$$X, \% = \frac{(V_1 - V_2) * K * B * V_3}{V_4 * G} * 100 \quad (8)$$

где V₁ - количество 0,02н КОН, пошедшее на титрование в контрольном опыте, см³;

V₂ - количество 0,02н КОН, пошедшее на титрование в рабочем опыте, см³;

K - поправочный коэффициент для 0,02н КОН;

B - эквивалентное количество вещества, взятое на конкретное определение навески в 100гр.;

V₃ - объем колбы разведения, см³;

V₄ - объем минерализата, взятого на отгон, см³;

G - масса навески, гр.;

100 - пересчет на 100 гр.

Для определения АЛО также можно использовать лабораторную установку (рис. 3)

Для этого на технических весах взвешивают 10-20 гр. фарша, переносят в мерную колбу на 100-200 см³, наливают 2/3 объема колбы дистиллированной воды, настаивают в течение 20 мин, доливают дистиллированной водой до метки, затем фильтруют вытяжку через двойной слой марли. Летучие основания отгоняют в аппарате, состоящем из отгонной колбы-реактора (3), парообразователя (2), холодильника (4), нагревательного элемента (1), приемника

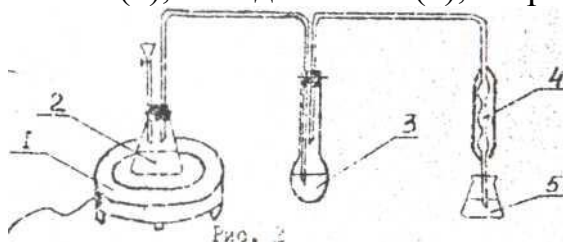


Рис. 3

1- нагревательный элемент, 2-парообразователь, 3-дистилляционная колба-реактор, 4-холодильник, 5-колба-приемник

Всю систему предварительно пропаривают в течение 10-15 мин. После этого из дистилляционной колбы удаляют дистиллят. В колбу-приемник (коническая колба на 100 см³ вносят 5 см³ 0,02 н раствора серной кислоты, устанавливают колбу-приемник под холодильник, опустив кончик холодильника в раствор серной кислоты. В дистилляционную колбу добавляют 2 см³ 5%-ного магнезимального молока. Отгонку паром проводят в течение 5 мин, считая с момента появления капли дистиллята в холодильнике. Окончив отгон, дистиллят количественно переносят в мерную колбу на 50см³, доводят объем колбы безаммиачной водой до ¾ объема, добавляют 1 см³ 50%-ного раствора сегнетовой соли, доводят объем до метки безаммиачной дистиллированной

водой. Через 15 мин развившуюся окраску сравнивают со стандартной шкалой.

Приготовление стандартной шкалы

Шкалу готовят непосредственно перед колориметрированием в мерных колбах на 50 см³. В колбы вносят 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 см³ стандартного раствора хлористого аммония, приливают 3/4 объема колбы дистиллированной воды, затем вносят 1 см³ 50% раствора сегнетовой соли для предупреждения выпадения в осадок ионов кальция и магния, взбалтывают, добавляют 2 см³ реактива Несслера, объем доводят до метки свежепрокипяченной дистиллированной водой и перемешивают. Окраска развивается в течение 15 минут.

Расчетная формула:

$$X, \% = \frac{0,005 * n * V_1}{V_2 * G} * 100 \quad (9)$$

где 0,005 – содержание азота в 1 см³ стандартного раствора, мг;

n- количество см³ стандартного раствора хлористого аммония в колбе шкалы, с которой совпала окраска рабочего раствора

V₁ – объем разведения, см³;

V₂ – объем вытяжки, взятой на отгон, см³;

G - масса навески, гр.;

100 - пересчет на 100 гр.

Колориметрирование проводят на фотоколориметре, длина волны 400 нм.

Определение водорастворимых (саркоплазматических) белков

Соединения, содержащие пептидную связь, дают сине-фиолетовое окрашивание при действии сульфата меди в щелочном растворе (биуретовая реакция). Для белков характерна весьма интенсивная биуретовая реакция.

Техника работы:

Навеску исследуемого материала (20 г.) взвешивают в точностью до 0,01 г, гомогенизируют или растирают в фарфоровой ступке с 40 см³ холодной дистиллированной воды, затем количественно переносят в мерную колбу на 200 см³, доливают дистиллированной водой 3/4 объема колбы и настаивают в течение 30 минут в холодильнике. После этого содержимое колбы доводят до метки, перемешивают и фильтруют через двойной слой марли. Белок в растворе определяют по биурету следующим образом: к 1 см полученного раствора белка добавляют 8 см³ биуретового реактива. Полученный раствор выдерживают 30 минут при комнатной температуре и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 540 нм по отношению к холостой пробе. Холостая проба готовится следующим образом: к 2 см³ воды прибавляют 8 см³ биуретового реактива.

Стандартная шкала:

1 г. альбумина растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Из этого раствора берут 0,2, 0,4, 0,6...2,0 см³ раствора альбумина, содержащего 10 см³

белка в 1см³. Общий объем в каждой пробирке доводят до 2см³ дистиллированной водой, затем добавляют 8см³ биуретового реактива, перемешивают и выдерживают 30 минут при комнатной температуре. Замеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 540нм по отношению к контролю (2см³ воды и 8см³ биурета). Затем строят график зависимости концентрации белка от оптической плотности.

Расчетная формула:

$$X = \frac{C \times V \times 100}{m \times V_1 \times 1000}, \% \quad (10)$$

где С - концентрация белка, определенная по калибровочному графику и соответствующая оптической плотности, мг/см³;

V - общий объем исследуемого раствора, см³;

100 - пересчет на проценты;

1000 - пересчет концентрации белка, гр.;

m -масса навески, гр.;

V₁ - объем раствора белка, взятого на реакцию, см³

Определение общего водорастворимого азота рефрактометрическим методом

Сущность метода заключается в определении коэффициента преломления мышечного (тканевого) сока, для осуществления которого каплю мышечного (тканевого) сока наносят на призму рефрактометра и замеряют коэффициент преломления (n₁). Предварительно коэффициент преломления определяют для дистиллированной воды (n₂). Содержание водорастворимого азота рассчитывают по формуле:

$$BA_x = \frac{n_1 - n_2}{0,0019} \quad (11)$$

где:

0,0019 – изменение коэффициента преломления при изменении концентрации органических веществ, содержащих азот, на 1 %

Содержание общего водорастворимого азота (мг/100г) осуществляется по формуле:

$$BA = \frac{BA_x}{OA} \times 100 \quad (12)$$

где: OA – общее содержание азота в исследуемом продукте

Определение водорастворимого белка (по Разумовской)

Навеску исследуемого материала в количестве 25 г. переносят в мерную колбу на 250 см³, доливают 3/4 объема водой, настаивают в течение 30 минут в холодильнике, затем доливают до метки. Полученный раствор фильтруют через ватно-марлевый фильтр. Из полученного раствора берут 10см³ фильтрата в колбу Къельдаля, приливают 10 см³ H₂SO₄ и в качестве катализатора

добавляют таблетку из смесей сульфата меди и сульфата калия, закрывают воронкой и ставят на систему для минерализации. После минерализации количественно переносят минерализат в мерную колбу на 100см³, охлаждают, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной безаммиачной водой. Отгон производят паром (до 150см³) на системе «Vododest». В реактор наливают 20см³ минерализата, в приемник - 30см³ 0,02н. H₂SO₄ и немного смешенного индикатора. Избыток кислоты оттитровывают 0,02н КОН до перехода окраски в грязно-зеленый цвет.

Расчетная формула:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) * K * B * V_3 * V_5}{V_4 * m * V_6} * 100 \quad (13)$$

где V₁ - количество 0,02 КОН, пошедшее на титрование в контрольном опыте, см³;

V₂ - количество 0,02 КОН, пошедшее на титрование в рабочем опыте, см³;

K - поправочный коэффициент для 0,02н КОН;

B - эквивалентное количество вещества, взятое на конкретное определение навески в 100гр.;

V₃ - объем колбы разведения, см³;

V₄ - объем минерализата, взятого на отгон, см³;

V₅ - объем минерализата, см³;

V₆ - объем вытяжки, взятый на минерализацию, см³;

m - масса навески, гр.;

100 - пересчет на 100 гр.

Определение солерастворимого белка

Навеску исследуемого материала в количестве 20гр. гомогенизируют или растирают в фарфоровой ступке с 40см³ 0,6М раствора охлажденного КС1, затем количественно переносят в мерную колбу на 200см³ доливают тем же раствором ¾ объема и настаивают 30 минут в холодильнике. Затем доводят до метки все тем же 0,6М раствором КС1, перемешивают и фильтруют через двойной слой марли. Белок в растворе определяют по биурету (см. выше).

Определение показателей, характеризующих качество липидов

Кислотное число

Кислотное число характеризует глубину гидролитического распада жиров, а при исследовании хранившегося жира является показателем окислительной порчи наряду с другими более характерными показателями. Расщепление триглицеридов жировой ткани происходит под действием липаз, катализирующих гидролиз эфирных связей. Возможен также неферментативный гидролиз триглицеридов.

Кислотное число - количество миллиграммов КОН, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира.

Принцип метода

Титрование свободных жирных кислот в спирто-эфирном растворе жира водным раствором щелочи. Эфир служит растворителем жира, а этиловый спирт применяется для гомогенизации системы, образуемой водным раствором щелочи и жиром в процессе титрования.

Порядок выполнения работы:

Навеску жира 2-10 г, взятую по разности весов с точностью до 0,0002 г в сухую коническую колбу на 300 см³ растворяют в спирто-эфирной смеси (1:2), которую берут в количестве 30-50 см³. К спирто-эфирному раствору жира прибавляют 1 см³ 1%-ного (10 г/дм³) раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н (0,1 моль/дм³) водным раствором КОН при постоянном взбалтывании до розовой окраски, не исчезающей в течение 2-х минут.

Кислотное число (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 5,61}{M}, \quad \text{где} \quad (14)$$

V – количество 0,1 н (0,1 моль/дм³) раствора щелочи, израсходованное при титровании, см³;

K - поправочный коэффициент титрованного раствора едкого калия 0,1 н (0,1 моль/дм³);

5,61 - количество едкого калия, соответствующее 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора едкой щелочи, мг;

M - масса жира, г.

Примечание: количество спирто-эфирной смеси прибавляют с таким расчетом, чтобы раствор к концу титрования содержал не менее 40% спирта.

При недостатке спирта имеет место гидролиз мыла, искажающий результаты титрования: $\text{RCOOK} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{ROOH} + \text{KOH}$

Перекисное число

Величина перекисного числа характеризует степень окислительной порчи жира.

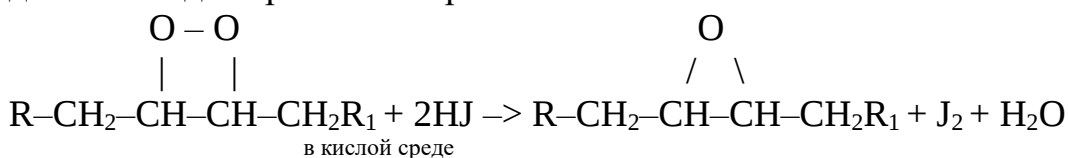
На первых стадиях окисления эфиров жирных кислот образуются гидроперекиси. В результате распада или других превращений перекисей возникают промежуточные и конечные продукты окисления - спирты, альдегиды, кетоны, оксикислоты и другие.

Перекисное число - количество грамм йода, которое выделяется перекисями из йодистого калия в уксусно-кислой среде из 100 г жира.

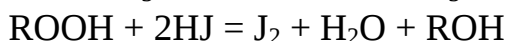
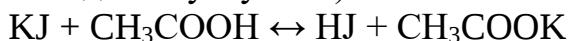
Количество перекисей выражают в процентах йода.

Принцип метода:

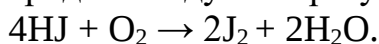
Окисление йодистоводородной кислоты перекисями, содержащимися в жире, с последующим титрованием выделившегося йода гипосульфитом. Выделение йода перекисями протекает по схеме:



Для повышения чувствительности анализа определение перекисей ведут в кислой среде, действуя на перекиси не йодистым калием, а йодноводородной кислотой, образующейся из йодистого калия под действием кислоты (в данном случае ледяной уксусной):



В этом случае реакция идет до конца, она весьма чувствительна. Причиной ошибки анализа может быть взаимодействие йодноводородной кислоты с кислородом воздуха. В результате этой реакции тоже выделяется йод.



Порядок выполнения работы

В склянку с притертой пробкой отвешивают 1,0 г жира с точностью до 0,0002 г и растворяют его в смеси 12 см³ хлороформа и 18 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешивают, приливают 1 см³ насыщенного не холоду раствора йодистого калия. Засекают время - точно 2 минуты, после чего приливают 100 см³ свежeproкипяченной (в течение 1 часа) дистиллированной воды, 1 см³ 1%-ного (10 г/дм³) раствора крахмала и титруют 0,01 н (0,01 моль/дм³) раствором гипосульфита до исчезновения синей окраски. Параллельно проводят холостой опыт.

Количество перекисей, в процентах йода (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0,001269 \cdot 100}{M}, \quad \text{где} \quad (15)$$

V_1 - количество 0,01 н (0,01 моль/дм³) раствора гипосульфита, израсходованного на титрование йода в опыте с навеской жира, см³;

V_2 - количество 0,01 н (0,01 моль/дм³) раствора гипосульфита, израсходованного на титрование при контрольном опыте, см³;

M - масса жира, г ;

0,001269 – количество йода, соответствующее 1 см³ 0,01 н (0,01 моль/дм³) раствора гипосульфита, г.

Определение альдегидов

Метод определения содержания альдегидов в жире основан на измерении интенсивности окраски соединений, образующихся при реакции альдегидов с бензидином и имеющих максимум поглощения 350 мкм.

При проведении анализа в две сухие чистые пробирки (или колбы) с притертой пробкой вместимостью 2,5 см³ отвешивают по 0,5 - 1,2 г исследуемого жира* (по разности) с погрешностью не более 0,002 г и доводят объем до метки смесью 96 %-ного этилового спирта с хлороформом (1:1). Полученный спирто-хлороформенный раствор жира (мисцеллу) хорошо перемешивают и часть его помещают в кювету фотоэлектроколориметра с рабочей длиной 10 мм или спектрофотометра и определяют оптическую плотность раствора при длине волны 350 нм (для спектрофотометра) или 360 нм (для фотоэлектроколориметра) по отношению к чистому растворителю, т.е. к смеси равных объемов хлороформа и этилового спирта.

Полученное значение оптической плотности (D_i) характеризует собственную окраску жира.

Затем в две колбочки вместимостью 20-25 см³ с притертыми пробками вносят при помощи пипетки или бюретки по 10 см³ приготовленного спирто-хлороформенного раствора жира (мисцеллы), а в третью - 10 см³ чистого растворителя (смесь равных объемов хлороформа и этилового спирта). В каждую колбу добавляют по 1 см³ 0,5 %-ного свежеприготовленного раствора бензидина в смеси этилового спирта и ледяной уксусной кислоты в соотношении 1:1.

*Выделение жира из образцов кормовых продуктов проводят бинарной смесью растворителей (хлороформ - этанол в соотношении 2:1).

Колбочки закрывают пробками, хорошо перемешивают, выдерживают 15 мин и после окрашивания измеряют оптическую плотность в кюветах с рабочей длиной 10 мм. Найденное значение оптической плотности (D_i) является суммарным и включает оптическую плотность, обусловленную цветностью самого жира, а также окраской, развивающейся в результате взаимодействия альдегидов с бензидином. Кюветы после каждого определения трижды промывают чистым растворителем (смесь спирта и хлороформа 1:1) и протирают марлевым тампоном.

Содержание альдегидов, реагирующих с бензидином X (мг коричневого альдегида на 100 г жира, или мг/100 г), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(1,1 \cdot D_2 - D_1) \cdot m_1 \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (16)$$

где m_1 - содержание коричневого альдегида в 1 см³ спиртохлороформенного раствора жира, найденное по градуировочному графику, мг;

D_1 - оптическая плотность спирто-хлороформенного раствора жира до обработки бензидином;

D_2 - оптическая плотность спирто-хлороформенного раствора жира после обработки бензидином;

V - объем приготовленного спирто-хлороформенного раствора жира, см³;

1,1 - коэффициент, учитывающий изменение объема при добавлении к 10 см³ используемого раствора 1 см³ раствора бензидина;

m - масса навески жира, г.

Для приготовления стандартного раствора коричневого альдегида (0,01 мг/л) в бюксу наливают коричневый альдегид, вкладывают в нее небольшую пипетку, закрывают крышкой и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Пользуясь пипеткой, быстро отбирают навеску альдегида массой 0,1 г в другую бюксу. Ввиду большой летучести коричневого альдегида обе бюксы как во время взвешивания, так и до взвешивания должны быть плотно закрыты крышками.

Взятую навеску альдегида количественно переносят из бюксы в мерную колбу на 100 см³ при помощи этилового спирта с хлороформом (1:1), доливают

до мелей той же смесью и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 1 см³ приготовленного раствора, помещают в другую мерную колбу на 100 см³, доводят объем до метки добавлением спирто-хлороформенной смеси (1:1) и хорошо перемешивают. Полученный раствор является стандартным (в 1 см³ его содержится 0,01 мг коричневого альдегида).

Для приготовления рабочих растворов в 10 чистых, сухих предварительно пронумерованных пробирок (или колбочек) с притертыми пробками вносят последовательно от 0,4 до 4,0 см³ стандартного раствора коричневого альдегида (с интервалом 0,4 см³), пользуясь микробюреткой или градуированной пипеткой. После этого в пробирки добавляют спирто-хлороформенную смесь (1:1) с таким расчетом, чтобы объем полученного раствора в каждой пробирке был равен 10 см³, и хорошо перемешивают содержимое пробирок.

Затем в каждые 4 пробирки (в три со стандартным и в одну с чистым растворителем - смесь спирта с хлороформом) добавляют по 1 см³ свежеприготовленного раствора бензидина в смеси с этиловым спиртом и ледяной уксусной кислотой (1:1), пробирки закрывают пробками, хорошо перемешивают их содержимое и выдерживают 15 мин до полного развития окраски. После этого определяют оптическую плотность растворов, содержащих коричневый альдегид, по отношению к чистому растворителю с бензидином фотоэлектроколориметром при длине волны 360 нм, пользуясь кюветой шириной 10 мм (или 350 нм при применении спектрофотометра).

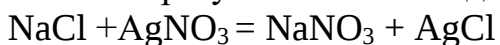
При построении градуированного графика на оси ординат откладывают найденные значения оптической плотности, а по оси абсцисс - содержание коричневого альдегида в 20 - 25 см³ (в зависимости от объема используемых пробирок или колбочек).

Методы определения массовой доли поваренной соли

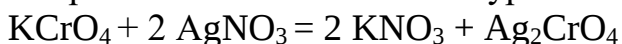
Аргентометрический метод

Сущность метода. В нейтральных растворах азотнокислородное серебро образует с хлористым натрием белый осадок хлористого серебра, а с хромовокислым калием — темно-красный осадок хромовокислого серебра.

Так как растворимость хлористого серебра меньше, чем хромовокислого, то в начале образуется белый осадок хлористого серебра по уравнению:



После того, как весь хлор связан, избыток азотнокислого серебра реагирует с хромовокислым калием по уравнению:



Покраснение раствора или появление красного осадка хромовокислого серебра свидетельствует о том, что весь хлор связан с серебром.

Техника работы: Готовят водную вытяжку из 2-3 г измельченного продукта в мерной колбе емкостью 200-300 см³. Настаивание проводят при комнатной температуре в течение 25-30 мин, сильно взбалтывая колбу через каждые 5 минут. Если воду предварительно подогреть до 40-50°C, то время настаивания 15-20 мин., затем вытяжку охлаждают до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки, фильтруют через сухой складчатый

фильтр или двойной слой марли, или вату, причем первую порцию фильтрата (20-30 см³) отбрасывают. Для устранения испарения жидкости во время фильтрования воронку с фильтром покрывают часовым стеклом.

Для титрования пипеткой отбирают 10-25 см³ фильтрата в зависимости от предполагаемой солености продукта и в случае необходимости нейтрализуют 0,01 н (0,01 моль/дм³) раствором бикарбоната натрия или 0,01 н (0,01 моль/дм³) раствором уксусной кислоты в присутствии индикаторов фенолфталеина или паранитрофенола. После нейтрализации фенолфталеин должен оставаться бесцветным, а паранитрофенол - показывать заметную слабожелтую окраску.

К нейтральному раствору прибавляют 2-3 капли насыщенного раствора хромовокислого калия и титруют жидкость при энергичном взбалтывании 0,1 н (0,1 моль/дм³) раствором азотнокислого серебра. Как только весь хлор-ион перейдет в хлористое серебро, жидкость начнет окрашиваться в красно-бурый цвет. Титрование считается окончанным, когда появившаяся окраска от хромовокислого серебра не исчезнет в течение полминуты.

Содержание хлористого натрия (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot B \cdot K \cdot V}{G \cdot V_1} \times 100, \% \quad (17)$$

где а - количество 0,1 н (0,1 моль/дм³) раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование, в см³;

К - поправочный коэффициент для 0,1 н (0,1 моль/дм³) раствора азотнокислого серебра;

G - навеска исследуемой рыбы, в г;

V - объем вытяжки в мерной колбе, в см³;

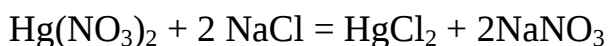
V₁ - объем вытяжки, взятой на титрование, в см³;

B - количество хлористого натрия в г, соответствующее 1 см³ 0,1 н (0,1 моль/дм³) раствора азотнокислого серебра.

B = 0,00585 г/см³.

Меркурометрический метод

Сущность метода. Хлор-ионы реагируют с ионами двухвалентной ртути с образованием малодиссоциированного хлорида ртути (сулемы) по уравнению:



При достижении точки эквивалентности концентрации ионов двухвалентной ртути в растворе резко возрастает, в качестве индикатора для определения конца реакции применяют дифенилкарбазид или дифенилкарбазон.

Эти индикаторы в слабокислых растворах образуют с ионами двухвалентной ртути (но не с недиссоциированными молекулами сулемы) внутрикомплексные соединения, окрашенные в синефиолетовый цвет.

Техника работы: Готовят водную вытяжку из 2-3 г измельченного продукта в мерной колбе емкостью 200-250 см³. Настаивание проводят при комнатной температуре в течение 25-30 минут, сильно взбалтывая колбу через

каждые 5 минут. По окончании настаивания вытяжку осторожно прогревают для коагуляции белковых веществ, охлаждают, доливают дистиллированной водой до метки, взбалтывают, фильтруют в конические колбы на 300 см³ через бумажный фильтр.

В коническую колбу на 100 см³ отбирают пипеткой 10-25 см³ фильтрата, добавляют одну каплю концентрированной азотной кислоты для создания pH = 4,0 и 5 капель 1 %-ного (10 г/дм³) спиртового раствора дифенилкарбазона. Затем титруют 0,05 н (0,025 моль/дм³) раствором азотнокислой ртути до слабой сине-фиолетовой окраски.

Содержание хлористого натрия в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot B \cdot K \cdot V}{G \cdot V_1} \times 100, \% \quad (18)$$

где а - количество 0,05 н (0,025 моль/дм³) раствора азотнокислой ртути, израсходованное на титрование, в см³;

К - поправочный коэффициент для 0,05 н (0,025 моль/дм³) раствора азотнокислой ртути;

G - навеска фарша, в г;

V - объем жидкости в мерной колбе, в см³;

V₁ - объем фильтрата, взятый на титрование, в см³;

B - количество хлористого натрия в г, соответствующее 1 см³ 0,025 моль/дм³ раствора азотнокислой ртути.

B = 0,00293 г/см³.

Определение содержания поваренной соли микрометодами

Аргентометрический метод (микрометод)

Техника работы: В фарфоровую чашку пипеткой вносят 2,0 см³ вытяжки, приготовленной для определения солености макрометодами, добавляют 1 каплю 5%-ного (50 г/дм³) раствора хромовокислого калия и титруют 0,05 н (0,025 моль/дм³) раствором азотнокислого серебра до образования осадка красно-бурого цвета. Расчет производят по общей формуле. B = 0,00293 г/см³

Ртутнометрический метод (микрометод)

Техника работы: В фарфоровую чашку пипеткой вносят 2,0 см³ вытяжки, приготовленной для определения солености макрометодами, добавляют 1 каплю 10%-ного (100 г/дм³) раствора азотной кислоты. 1-2 капли дифенилкарбазона и титруют 0,025 моль/дм³ раствором азотнокислой ртути до образования сине-фиолетовой окраски. Расчет производят по общей формуле.

Определение общей кислотности арбитражным методом

Измельченную навеску массой около 20-25 г, взвешенную в химическом стакане с точностью до 0.01 г, переносят через воронку горячей дистиллированной водой с температурой 80 °С в мерную колбу объемом 200-250 мл, заполняя ее до 3/4 собственного объема. Колбу устанавливают на перемешивающее устройство, перемешивают в течение 30 минут, затем охлаждают под струей проточной воды до температуры окружающего воздуха, доливают до

метки дистиллированной водой и, перемешав энергичным взбалтыванием, содержимое колбы фильтруют через сухой складчатый фильтр.

В коническую колбу объемом 200-250 мл пипеткой отбирают 50 мл фильтрата, вносят 3-5 капель 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0.1 н раствором щелочи до появления слабо-розовой окраски. Для окрашенных фильтратов в качестве индикатора используют 1 %-ный спиртовой раствор тимолфталеина и титруют 0.1 н раствором щелочи до появления темно-синей окраски.

Значение общей кислотности вычисляют по формуле (в %):

$$X_C = 100 \cdot V_1 \cdot B \cdot K \cdot V_2 / m \cdot V_3 \quad (19)$$

где V_1 — количество 0.1 н раствора КОН (NaOH), израсходованного на титрование, мл;

V_2 — объем мерной колбы, мл;

V_3 — объем фильтрата, взятого на титрование, мл;

B — количество кислоты, эквивалентное 1 мл 0.1 н раствора КОН (NaOH), для яблочной кислоты $B = 0.00585$ г/мл;

m — масса навески, г;

K — поправочный коэффициент для 0.1 н раствора КОН (NaOH).

По завершению определения химических показателей, полученные результаты вносят в таблицу формы 4.2.

Таблица 4.2 — Сравнительная характеристика изменения химических показателей образца в процессе хранения

Показатель	Характеристика показателя	
	в исходном образце	после созревания
Содержание воды, %		
ОА, %		
НБА, %		
Белковый азот, %		
Содержание белка, %		
ФТА, % (для вяленой, соленой, копченой продукции и пресервных паст)		
Содержание поваренной соли, %		
Общая кислотность, %		

4. Дегустационная оценка готовых кулинарных изделий

Дегустационную оценку кулинарных изделий осуществляют согласно методике, предложенной Сафроновой [9] по пятибалльной шкале. Результаты дегустации вносят в табл. 4.3.

Таблица 4.3 — Дегустационная оценка кулинарных изделий

№ п/п	Показатель	Балльная оценка				
		1	2	3	4	5
1	Внешний вид	+				
2	Консистенция					+
3	Запах					+
4	Вкус				+	
5	Цвет		+			
6	Форма			+		
	Средний балл	$(1+5+5+4+2+3)/6=3.3$				

На основании результатов исследований делают соответствующие выводы.

Лабораторная работа № 5

Разработка проекта технических требований (ТУ и ТИ) к качеству продукта

Цель: разработка проекта ТУ на качество изготовленного опытного образца в соответствии с выбранной моделью.

Из поставленной цели вытекают следующие задачи:

- ознакомление с принципами разработки ТУ;
- ознакомление с требованиями, предъявляемыми при оформлении ТУ;
- разработка проекта ТУ на качество образца в соответствии с выбранной моделью технологической схемы.

Обзорная информация

К одним из видов стандартов, распространяемого на полуфабрикат или готовый продукт, относятся ТУ — нормативный документ, в котором приводятся требования к показателям качества и безопасности. Особенностью ТУ является перечень требований, относящихся к одному или нескольким видам однородной продукции, например, требований на котлеты рыбные мороженые, изготовленные с применением разных рецептов. Другая особенность ТУ заключается в том, что указанный документ имеет право разрабатывать предприятие, которое планирует производить данный вид продукции.

Разработанные ТУ в обязательном порядке согласовываются в местных органах стандартизации, метрологии и сертификации (ЦСМ). Порядок согласования ТУ заключается в следующем (рис. 5.1):

- разработанный предприятием документ проходит экспертизу по правильному оформлению в местных органах ЦСМ;
- представителями контролирующего органа (ЦСМ или лабораторией, имеющей аккредитацию в данной области) осуществляется отбор проб. Протоколы испытаний образцов и экспертное заключение на разработанные ТУ направляют в местные органы Роспотребнадзора для установления показателей безопасности изготовленного продукта в соответствии с требованиями действующих санитарных правил и норм (СанПиН);

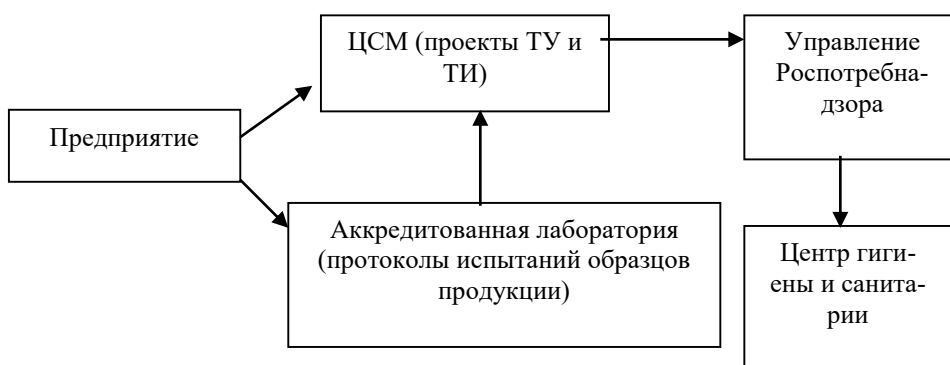


Рисунок 1 — Схема утверждения ТУ

— при положительном решении органов Роспотребнадзора разработанные ТУ регистрируют в органах ЦСМ;

— зарегистрированные ТУ направляют в Центр гигиены и эпидемиологии, где, на основании положительного решения органов Роспотребнадзора, протоколов испытаний выдают санитарно-эпидемиологическое свидетельство на новый продукт или группу продуктов.

Технические условия на новый вид пищевой продукции разрабатывают в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51740-2001 [10], МУ 2.3.2.971-2000 [11]. Нумерация ТУ включает с себя последовательность определенных кодов. Например, в ТУ 9261-440-47508436-05 указывается:

- ТУ — индекс документа;
- 9261 — код продукта по общероссийскому классификатору продукции (ОКП);
- 440 — порядок очередности регистрации документа на предприятии-разработчике;
- 47508436 — код держателя подлинника ТУ (предприятия-разработчика) по Общероссийскому классификатору предприятий и организаций (ОКПО);
- 05 — год утверждения ТУ.

ТУ состоит из следующих разделов:

- титульный лист;
- область применения;
- требования к качеству и безопасности;
- упаковка;
- маркировка;
- правила приемки;
- методы контроля;
- правила транспортирования и хранения;
- приложения.

Область применения

В данном разделе указывается область применения продукции, ее полное наименование, даются ссылки на подпункты, в которых приводятся требования к безопасности.

Требования к качеству и безопасности

В рассматриваемом разделе в табличной форме приводятся нормы по органолептическим, физическим и химическим показателям, показателям безопасности (прилож. 3), микробиологическим показателям в соответствии с требованиями соответствующих стандартов (ТР ТС, СанПиН, ГОСТ и т.п.). Далее приводятся требования к сырью и материалам.

Упаковка

В разделе приводятся требования к применяемым тароупаковочным материалам с указанием стандартов на них. Например:

3.1 Полуфабрикаты фасуют в:

- пакеты из полимерных материалов по ОСТ 15-390, пакеты пленочные по ОСТ 15-160 предельной массой продукта 1 кг;

- лотки (ванночки-поддоны) по нормативному документу с последующим упаковыванием в пакеты из полимерных материалов по ОСТ 15-160, ОСТ 15-390, предельной массой 0.5 кг;

- пачки из картона или комбинированных материалов по ОСТ 15-164, ОСТ 15-363 или ОСТ 15-392 с полимерным покрытием или без него, но предварительно упакованные в пакеты из полимерных материалов, предельной массой продукта 1 кг;

- иную полимерную или картонную тару, разрешенную к применению органами Роспотребнадзора, предельной массой продукта 1 кг.

3.2 Тара и упаковочные материалы, в том числе импортные, используемые для упаковки пищевых продуктов, должны быть прочными, чистыми, сухими, без постороннего запаха и изготовлены из материалов, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами органами Роспотребнадзора.

3.3 Отклонения в массе нетто продукта не должны быть более:

- $\pm 3\%$ — для продукции массой нетто до 0.5 кг включительно;

- $\pm 1\%$ — для продукции массой нетто свыше 0.5 до 1 кг включительно.

3.4 Потребительскую тару с продуктом упаковывают в:

- ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13511 или ГОСТ 13516 предельной массой продукта 25 кг.

Маркировка

В данном разделе указывается, какие сведения должны быть нанесены на этикетку.

Правила приемки

В правилах приемки указываются стандарты, по которым она осуществляется. Кроме того, указывается организация, по требованиям которой осуществляется контроль показателей безопасности продукта.

Методы контроля

В данном разделе ссылаются на стандарты по методам отбора проб, подготовки проб к испытаниям, проведению испытаний.

Правила транспортирования и хранения

В разделе описываются правила и режимы транспортирования, условия и сроки хранения продукции.

Приложения

В ТУ необходимо приводить следующие приложения:

- приложение А — ссылочные нормативные документы в виде таблицы;
- приложение Б — библиография;
- приложение В — информация о пищевой и энергетической ценности продукта;
- приложение Г — пример этикетки на потребительскую тару.

Разработка проекта технологической инструкции (ТИ) в соответствии с моделью, ее описание

Цель: разработка проекта ТИ на изготовление опытного образца в соответствии с выбранной моделью.

Из поставленной цели вытекают следующие задачи:

- ознакомление с принципами разработки ТИ;
- ознакомление с требованиями, предъявляемыми при оформлении ТИ;
- разработка проекта ТИ на изготовление образца в соответствии с выбранной моделью технологической схемы.

Обзорная информация

К следующей ступени создания пакета технической документации, расширяемого на полуфабрикат или готовый продукт, относится разработка технологической инструкции (ТИ) — документа, в котором приводится описание изготовления продукта с указаниями к последовательности технологических операций и режимами обработки.

ТИ разрабатывают и утверждают внутри предприятия, при этом указанная документация должна соответствовать требованиям разработанных ТУ.

ТИ состоит из следующих разделов:

- заголовок;
- сырье и материалы;
- схема технологического процесса (прилож. б);
- описание технологического процесса;
- санитарная обработка;
- метрологическое обеспечение контроля технологического процесса;
- контроль производства;
- требования безопасности;
- подписи разработчиков;
- приложения А, Б.

В разделе «Сырье и материалы» приводятся требования к сырью и материалам, применяющимся при производстве рассматриваемой продукции с ссылкой на техническую документацию, в которой приводятся требования к их качеству. Описание технологического процесса осуществляется с указанием всех условий и технологических режимов производства продукта.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается отличие рыбного сырья от сырья растительного и животного происхождения?
2. Назовите основные группы веществ химического состава.
3. В чем отличие терминов «сырой протеин» и «белок»?

4. Какие группы веществ учитывают при расчете энергетической ценности продукта?
5. Что показывает коэффициент оводненности сырья?
6. С какой целью рассчитывают степень созревания сырья?
7. Исходя из каких принципов моделируется технологическая схема производства продукции?
8. Назовите группы веществ сырья или готового продукта, входящих в состав азотсодержащих соединений.
9. Какие показатели дегустируют при проведении дегустационной оценки продукта?
10. В чем основное отличие ТУ от ГОСТ?
11. Из каких разделов состоит ТУ?
12. Какие документы необходимы для получения санитарно-эпидемиологического заключения?
13. Какую техническую документацию из нижеперечисленных предприятие имеет право разрабатывать: ТР ТС, СанПиН, ГОСТ, ТУ, ОСТ, СНИП, ТИ, ТР?
14. Перечислите данные, которые необходимо указывать на потребительской таре.
15. В чем заключается отличие маркировки потребительской и транспортной тары?
16. Поясните расшифровку нумерации ТУ 9052-027-17407283-2003.

Список рекомендуемой литературы представлен в рабочей программе дисциплины