

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

Факультет высшего образования

Кафедра «Водные биоресурсы и технологии»

Новые методы исследования свойств сырья, продуктов животного происхождения и водных биоресурсов

Лабораторный практикум по дисциплине «Новые методы исследования свойств сырья, продуктов животного происхождения и водных биоресурсов»

для обучающихся по направлению 19.04.03 «Продукты питания животного происхождения» Направленность «Технология продуктов из сырья животного происхождения»

Ташкентская область, Кибрайский район – 2025

Составитель: Цибизова М.Е., д.т.н., проф. кафедры «ВБиТ»

Рецензент:

Бредихина О.В., д.т.н., проф. кафедры «ВБиТ»

Лабораторный практикум «Новые методы исследования свойств сырья, продуктов животного происхождения и водных биоресурсов» по дисциплине «Новые методы исследования свойств сырья, продуктов животного происхождения и водных биоресурсов» для студентов направления 19.04.03 «Продукты питания животного происхождения»

Лабораторный практикум рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «ВБиТ»: протокол заседания кафедры от «21» февраля 2025 г., N2 7..

© филиал ФГБОУ ВО «Астраханский государственный технический университет» в Ташкентской области Республики Узбекистан

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр
ВВЕДЕНИЕ	5
ПОРЯДОК ДОПУСКА К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ	6
2. ПРАВИЛА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА	6
3. РУКОВОДСТВО ПО ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТОВ	7
I. ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ В ЛАБОРАТОРИИ	7
5. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ	
ТАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1	9
Классификация методов исследования сырья, продуктов жи-	
вотного происхождения, водных биоресурсов и объектов	
квакультуры. Понятие качества, пищевой и биологической	
ценности сырья и продуктов животного происхождения. Со-	
временные методы оценки качества сырья и пищевых про-	
цуктов	
ТАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2	21
Аспользование инструментальных методов для оценки кон-	
систенции. Реологические методы исследования.	
ТАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3	56
Физико-химические методы исследования состава и свойств	
иищевого сырья и продуктов. Методы оценки качества мо-	
юка и молочной продукции	
ІАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4	67
Физико-химические методы исследования состава и свойств	
пищевого сырья и продуктов. Определение сорбиновой кис-	
поты, бензойнокислого натрия, нитрата натрия	
ІАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5	77
Использование инструментальных методов для оценки кон-	
систенции. Реологические методы исследования. Определе-	
ние сдвиговых реологических характеристик структуриро-	
ванных жидкостей – плотности.	

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6	88
Определение сдвиговых реологических характеристик	
структурированных жидкостей - вязкости	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7	96
Спектроскопия. Теоретические основы. Использование спек-	
тров для оценки качества сырья и готовой продукции. Общая	
характеристика контаминантов сырья и продуктов живот-	
ного происхождения. Атомно-эмиссионная и атомно- аб-	
сорбционная спектроскопия. Определение токсичных эле-	
ментов методом атомной абсорбции в сырье и продуктах пи-	
тания	
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8	101
Физико-химические методы исследования состава и свойств	
пищевого сырья и продуктов. Методы оценки качества мяс-	
ного сырья и мясной продукции	
Рекомендуемая литература	104

ВВЕДЕНИЕ

Цель освоения дисциплины подготовки магистров по направлению 19.04.03 Продукты питания животного происхождения заключается в формировании представление о взаимосвязи качества сырья, его функционально-технологических свойств с качественной характеристикой проектируемой готовой продукции, о прогнозировании изменения свойств сырья и полуфабрикатов в процессе технологической обработки.

Практическое значение данной дисциплины обусловлено тем, что современное производство пищевой продукции из сырья животного происхождения и рыбы, включающее в себя проведение множества различных технологических процессов, требуют использования инструментальных методов измерения свойств сырья на этапах его поступления и переработки с целью контроля, регулирования и управления качеством готовой продукции. Это предопределяет необходимость высокого уровня подготовки будущих специалистов с учетом последних достижений в науке, технике и технологии.

В результате освоения дисциплины студент должен:

Знать:

✓ методы исследования свойств сырья, полуфабрикатов и готовой продукции при выполнении исследований в области проектирования новых продуктов, методы комплексной оценки качества, функционально-технологических свойств мясного сырья и готовых продуктов для получения пищевых продуктов с широким спектром потребительских свойств; современные методы количественного и качественного анализа.

<u>Уметь</u>

✓ выполнять исследования для решения научно-исследовательских и производственных задач с использованием современной аппаратуры; давать комплексную оценку сырью и продуктам; использовать приемы системного анализа при оценке качества сырья и продукции; эксплуатировать лабораторное оборудование и приборы, предназначенные для исследования и контроля качества продукции из сырья

животного происхождения; выбирать методы экспериментальных исследований

Владеть навыками

✓ применения методов исследования свойств сырья, полуфабрикатов и готовой продукции; применения методов современных исследований

1. ПОРЯДОК ДОПУСКА К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ

К выполнению очередной лабораторной работы допускаются студенты, подготовленные к ее выполнению. При подготовке к работе необходимо:

- Подготовить теоретические вопросы по теме работы
- Разобрать химизм изучаемых методов исследования и освоить все расчеты, относящиеся к анализам
- Составить план выполнения работы с четкими указаниями этапов проведения исследования.

Степень подготовки студентов к выполнению очередной лабораторной работа проверяется преподавателем в процессе краткого собеседования. В случае недостаточной подготовленности студента к работе (не смог ответить на контрольные вопросы, не сдал отчета по предыдущей работе), он к работе не допускается. Но это не дает право студенту покинуть лабораторию. Все время, предназначенное для выполнения лабораторной работы, он обязан использовать на оформление отсутствующего отчета или на теоретическую подготовку к отчету по лабораторной работе.

2. ПРАВИЛА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Лабораторные работы студент выполняют индивидуально или бригадами, состав которых определяется преподавателем.

Студенты начинают выполнение лабораторной работы после разрешения преподавателя.

Прежде всего, студент должен проверить наличие на данном рабочем месте и в лаборатории посуды, аппаратуры; ознакомиться с их

устройством и порядком измерений.

После каждого определения, предусмотренного программой, студент показывает преподавателю результаты анализа. Полученные данные фиксируется студентами в тетради в соответствии с рекомендуемой формой протоколирования результатов.

При выполнении задания отсчеты показаний по приборам следует производить внимательно

Во время лабораторной работы запрещается отлучаться из лаборатории без разрешения преподавателя.

Работа считается выполненной, если студент:

- предъявил преподавателю отчет с результатами проведенных опытов;
 - привел в порядок рабочее место.

3. РУКОВОДСТВО ПО ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТОВ

Отчет оформляется в тетради. При оформлении необходимо указать:

- 3.1 Название работы
- 3.2 Цель работы
- 3.3 Задание
- 3.4 Порядок выполнения исследования
- 3.5 Результаты опытов
- 3.6 Обработку результатов опыта
- 3.7 Выводы

4. ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ В ЛАБОРАТОРИИ

Для обеспечения безопасной работы в лаборатории необходимо соблюдать следующие условия:

4.1. Работать с едкими и ядовитыми веществами необходимо только в вытяжном шкафу, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией.

- 4.2. Запрещается нагревать сосуды с находящимися в них низкокипящими огнеопасными жидкостями на открытом огне на всех электронагревательных приборах.
- 4.3. Не допускается сливать в канализацию через раковину крепкие растворы кислот, щелочей, растворы ртутных солей, эфир, хлороформ и другие горючие жидкости,
- 4.4. Запрещается нюхать неизвестные вещества, наклонившись над ними и сильно вдыхать их.
- 4.5. Запрещается пользоваться разбитой и треснутой стеклянной посудой, ставить стеклянную посуду непосредственно на огонь и горячую посуду на стол.
- 4.6. Не допускается ставить кислоты рядом с органическими веществами.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

Классификация методов исследования

сырья, продуктов животного происхождения, водных биоресурсов и объектов аквакультуры. Понятие качества, пищевой и биологической ценности сырья и продуктов животного происхождения. Современные методы оценки качества сырья и пищевых

продуктов

1. Теоретическая часть

Рыба - легко перевариваемая, питательная пища, содержащая полноценные белки, биологически ценные жиры и витамины.

Пищевая продукция рыбной промышленности включает живую товарную рыбу, охлажденную и мороженую рыбу; соленые вяленые, сушеные, копченые и балычные товары, рыбные консервы и пресервы, рыбные полуфабрикаты и кулинарные изделия, икорные товары, нерыбные продукты морского промысла.

Для рационального и комплексного использования необходимо знать его технологические свойства, которые характеризуются:

- массовым составом;
- физическими свойствами;
- химическим составом и пищевой ценностью.

Массовый состав рыбы - это количественное соотношение массы отдельных частей рыбы по отношению к ее общей массе, выраженное в процентах.

Массовый состав является основанием для разработки норм расхода сырья и выхода готовой продукции, а также для определения норм отходов и потерь. В соответствии с анатомическим строением тела рыб выделяют следующие категории тканей тела и органов:

- покровные (слизь, чешуя, кожа);
- опорные (голова, позвонки, ребра, плавники);
- мышечная ткань (мясо рыбы);
- внутренние органы (пищеварительный тракт, почки, печень, сердце, плавательный пузырь, ястыки с икрой, молоки).

Массовый состав рыбы зависит от вида рыбы, ее пола и времени лова. Съедобная часть в виде туловищных мышц - филе (с кожей) и употребляемых в пищу внутренних органов (икра, молоки, печень) составляет у рыб разных видов от 45 до 80% от массы целой рыбы.

При выборе наиболее целесообразного способа переработки сырья важно знать суммарное соотношение съедобных и несъедобных частей тела рыбы.

Физические свойства рыбы технологу необходимо знать для решения вопросов приема, транспортировки, хранения и обработки рыбы, при проектировании транспортных средств и технологического оборудования. Физические свойства включают следующие понятия:

- размерно-массовая характеристика (размер, масса, насыпная или объемная масса, удельная масса);
- механические показатели (центр тяжести тела, угол естественного откоса, угол скольжения, коэффициент трения);
- тепловые показатели (теплоемкость, теплопроводность, температуропроводность);
 - электрические свойства (электросопротивление).

Удельная теплоемкость выражается количеством теплоты, необходимым для нагревания или охлаждения единицы массы рыбы на 1 °C. Обозначают показатель символом кДж/кг (кг • °C). Удельная теплоемкость рыбы и отдельных органов ее тела зависит от химического состава и определяется по сумме теплоемкостей веществ, входящих в состав рыбы или ее органов.

Теплопроводность — это способность рыбы проводить тепло при нагревании или охлаждении. Характеризуется коэффициентом теплопроводности X C и обозначается символом Bt/(M . K), показывающим количество тепла Q (в Дж), проходящего в единицу времени через единицу поверхности слоя рыбы определенной толщины при разности температур поверхностей слоя в 1 $^{\circ}$ C.

Температуропроводность — это скорость изменения темпера-

туры тела рыбы при нагревании или охлаждении. Температуропроводность (${\rm M}^2/{\rm c}$) зависит от теплопроводности, теплоемкости и плотности рыбы. Коэффициент температуропроводности повышается с увеличением теплопроводности и уменьшением плотности и теплоемкости рыбы.

Электросопротивление — сопротивление тканей рыбы прохождению электрического тока. Величина его зависит от состояния рыбы, частоты подаваемого тока и температуры. Мясо живой и только что уснувшей рыбы имеет, высокие значения этого показателя.

При разработке разнообразных устройств и механизмов, применяемых в процессе транспортировки и обработки рыбы и рыбных продуктов, необходимо учитывать трение рыбы и рыбных продуктов о различные поверхности. Для этого необходимо знать величины соответствующих коэффициентов трения.

Различают внешнее трение на поверхности твердых тел и внутреннее трение между частицами самого тела. Внешнее трение разделяется на статистическое или трение менаду телами, находящимися в покое, и трение движения между телами, находящимися в движении относительно друг друга.

Рыбное сырье реализуется в живом, охлажденном, мороженом виде.

Живая товарная рыба. В живом виде заготовляют в основном пресноводную прудовую рыбу (зеркальный карп, сазан, карась, амур, толстолобик и др.), а также рыбу из естественных водоемов, которая может жить в пресной воде (осетр, севрюга, стерлядь, сазан, сом, лещ, щука и др.). Эти рыбы хорошо выдерживают перевозку и хранение в искусственных условиях.

Реже в живом виде заготовляются судак, налим, форель, сиг и др. Из морских рыб в живом виде заготовляют треску.

Транспортирование производится специальным или приспособленным для живой рыбы автомобильным или железнодорожным транспортом.

На предприятиях общественного питания живую рыбу хранят в аквариумах 1-2 дня при температуре воды $10\ ^{0}\mathrm{C}$.

Рыба, вынутая из воды, быстро умирает (засыпает). Уснувшая рыба плохо сохраняется и поступает только в районы, прилегающие к местам лова. В уснувшей рыбе быстро происходят сложные биохимические изменения, и рыба быстро портится. Для предохранения рыбы от порчи и удлинения срока хранения ее подвергают различной обработке: охлаждению, замораживанию, сушке и др.

Охлажденная рыба. Охлажденной называют рыбу, имеющую в толще мышечной ткани температуру от -1 до 5 0 С. Охлаждают рыбу сразу после вылова. Это позволяет резко замедлить развитие и деятельность микроорганизмов.

Охлаждают почти все виды рыб. Перед охлаждением рыбу сортируют по виду, размеру, разделывают. По видам разделки охлажденная рыба может быть неразделанная (карповые рыбы, мелкая треска, пикша, навага), потрошеная с головой (осетровые рыбы, кроме стерляди), потрошеная обезглавленная.

Охлаждают рыбу льдом, охлажденной водой или раствором соли.

Большинство рыб в охлажденном состоянии может сохраняться 5-8 дней при температуре от 1 до -2 0 C и относительной влажности воздуха 95-98 %.

Мороженая рыба. Мороженой называют рыбу, имеющую в толще мышц температуру от -8 до -10 0 C.

В тех случаях, когда рыба предназначена для перевозки и крат-ковременного хранения, но более длительного, чем это возможно при охлаждении, ее замораживают не полностью, а от -3 до -4 0 С. Такую рыбу называют *подмороженной* (переохлажденной)

Замораживают почти все виды промысловых рыб неразделанными, потрошеными с головой и без головы, спинку, кусок, россыпью или блоками, поштучно, рассортированными по видам и размеру.

Замораживают рыбу естественным холодом, искусственным

холодом (сухое замораживание), льдосолевым контактным и бесконтактным способами. Не допускается льдосолевое замораживание осетровых и лососевых рыб.

Мороженую рыбу изготовляют в глазированном или неглазированном виде.

Согласно ГОСТ 1168-86 хранят мороженую рыбу на судах, производственных и распределительных холодильниках при температуре не выше -18 0 С. Сроки хранения рыбы сухого искусственного и естественного замораживания при температуре -18 0 С составляют от 4 до 8 мес. в зависимости от вида рыбы. Сроки хранения мороженого филе глазированного в блоках при той же температуре от 4 до 6 мес. с даты изготовления.

Требования к качеству

Требования к качеству живой рыбы. Живую рыбу на товарные сорта не подразделяют. Заготовляемую рыбу, предназначенную для всех видов обработки, подразделяют по длине или массе на крупную, среднюю и мелкую, при этом для каждой группы определены минимальная длина и масса (ГОСТ 1368-2003).

По длине подразделяют густеру, карася, линя, судака, плотву, угря, щуку, леща и другую рыбу. Например, живой лещ длиной менее 22 см относится к мелкому, от 22 до 30 — к среднему и длиной более 30 см — к крупному.

По массе подразделяют амура белого, бестера, буффало, карася серебристого, карпа, сома канального, сазана, толстолобика, форель. Например, при заготовке карпа выделяют две группы: карп массой 0,25—0,60 кг и карп отборный массой 0,6 кг и более.

При приемке живой рыбы проверяют, чтобы она была здоровой, свободной от паразитов (рачков и гельминтов), подвижной, упитанной, без отслаивания чешуи, ссадин. Рыба не должна иметь порочащих запахов (ила, нефтепродуктов) (ГОСТ 24896-81).

Показателями качества живой, рыбы служат бодрость, выживаемость и упитанность. Условно ее делят на три группы:

- бодрая рыба имеет блестящую, плотно прилегающую чешую, движения плавников и всей рыбы энергичные, в воде она занимает нормальное положение (спинкой вверх), в спокойном состоянии держится у дна аквариума, поверхность тела чистая, без видимой слизи, травматических повреждений, паразитов и признаков заболеваний. Извлеченная из воды такая рыба энергично бьется в садке, а при опускании в воду быстро уплывает на дно;
- слабая рыба имеет серую окраску тела, вялые движения плавников, всплывает на поверхность, ее легко поймать руками. Такую рыбу следует сразу реализовывать или отправлять на переработку;
- *очень слабая рыба* почти полностью утрачивает естественную окраску тела, координация движений резко нарушается (она либо лежит на дне, либо вяло плавает на боку или вниз спиной). Ее необходимо немедленно удалить из аквариума и направить на реализацию.

Дефекты живой товарной рыбы: снулость, лопанец или лопнувшее брюшко, травматические повреждения тела — ушибы, ссадины, уколы, ранения, отслаивания чешуи.

Требования к качеству охлажденной рыбы. Охлажденную рыбу по качеству на сорта не делят. Рыба должна быть непобитой, с чистой поверхностью, правильно разделана, естественной краски, с жабрами от темно-красного до розового цвета. Консистенция плотная. Запах должен быть свойственным свежей рыбе, без посторонних запахов. Для местной реализации допускается рыба со слегка ослабленной, но не дряблой консистенцией, слабым кисловатым запахом в жабрах (кроме осетровых), удаляемым при промывке.

К основным *дефектам* охлажденной рыбы относят: механические повреждения кожи, плавников, жаберных крышек; ослабление консистенции, кисловатый или гнилостный запах в жабрах, наличие слизи на поверхности, разрыв стенок брюшной полости (лопанец) в результате автолиза тканей или механического воздействия при нарушении условий хранения и транспортирования. Возникают дефекты в

рыбе в основном вследствие автолиза и воздействия микроорганизмов.

Требования к качеству мороженой рыбы. Мороженую рыбу по качеству подразделяют на 1-й и 2-й сорта. Рыба 1-го сорта может иметь различную упитанность; осетровые рыбы, белорыбица, семга, нельма, каспийский, балтийский и озерный лососи должны быть упитанными; поверхность рыбы чистая, естественной окраски; рыба льдосолевого замораживания может быть потускневшей, без наружных повреждений; разделка правильная, допускаются небольшие отклонения; консистенция (после оттаивания) плотная, запах свежей рыбы, без порочащих признаков. Рыба 2-го сорта может быть различной упитанности, с незначительными наружными повреждениями и потускневшей поверхностью. У жирной рыбы допускается пожелтение кожного покрова, не проникшее в мясо. Могут быть отклонения от правильной разделки. Консистенция после оттаивания может быть ослабевшая, но не дряблая, кисловатый запах в жабрах; у жирных рыб допускается запах окислившегося жира на поверхности.

Дефекты охлажденной и мороженой рыбы могут быть обусловлены качеством сырья, поступившего для замораживания, и технологией переработки. К ним относятся усушка, деформация рыбы, недомороженность, потемнение поверхности, бугристость, красновато-коричневая окраска, наличие постороннего, нетипичного запаха, запаха нефтепродуктов, ослабленная консистенция, расслоение мышечной ткани, бесструктурность мяса рыбы.

К физическим показателям качества рыбного сырья относятся определение температуры, длины (высоты), массы, определение срывов, порезов, трещин кожи.

2. Цель работы: определить качество рыбного сырья. Изучить органолептические и физико-химические показатели качества сырья

3. Задание

- 3.1. Определение температуры, длины (высоты), массы, определение срывов, порезов, трещин кожи в соответствии с требованиями ГОСТ 7631-2008 «Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Методы определения органолептических и физических показателей».
- 3.2. Ознакомление с терминами и определениями охлажденной и мороженой рыбопродукции по ГОСТ Р 50380-2005 «Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Термины и определения», в том числе по видам разделки и технологической обработки.
- 3.3. Руководствуясь стандартом ГОСТ 1368-2003 «Рыба. Длина и масса», определите к какой размерной категории относится объект исследования.
- 3.4. Изучите стандарт ГОСТ 31339-2006 «Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб».
- 3.5. Проведите органолептические испытания мороженой рыбы по ГОСТ 1168-86 и живой рыбы по ГОСТ 24896-81 в соответствии с ГОСТ 7631-2008. Определите уровень качества.

4. Порядок выполнения работы

Ознакомьтесь с содержанием стандартов ГОСТ 1368-2003, ГОСТ 7631-2008, нормативной документацией на рыбу охлажденную, мороженую, живую.

Установите название образца рыбы. Выясните по стандарту, каким образом — взвешиванием или измерением — определяется размер образца рыбы.

Массу рыбы определяют поштучно на весах.

Порядок приемки рыбы по количеству и качеству регламентируется стандартом ГОСТ 7631-2008.

При приемке охлажденной рыбы ее освобождают ото льда и тары и взвешивают. Находящиеся на поверхности рыбы мелкие частицы льда перед взвешиванием удаляют при таянии или встряхивании. По полученному результату определяют массу нетто для всей партии.

Массу нетто мороженых продуктов определяют взвешиванием всей партии и вычитанием из фактической массы брутто массы тары. Массу тары определяют следующим образом. Отбирают 1 % от партии, но не менее трех единиц транспортной тары с мороженым продуктом. После освобождения от рыбы тару взвешивают и по полученному результату определяют массу тары для всей партии.

При наличии на поверхности мороженой рыбы снегового покрова, глазури, бумаги из фактической массы брутто вычитают массу снега, глазури, бумаги. Глазурь удаляют механическим путем при неполном воздушном размораживании до состояния полного освобождения продукта от глазури. Для определения массы глазури от каждой партии отбирают по три экземпляра рыбы и взвешивают. Полученную по трем пробам разность массы глазированной и неглазированной рыбы относят к массе глазированной рыбы и выражают в процентах.

Приемка рыбы в стандартной упаковке проводится по количеству единиц упаковки и массе нетто, указанной на маркировке. При этом обязательно делают контрольную проверку массы нетто.

После осмотра внешнего вида, состояния тары, маркировки поступившей партии товара отбирают из разных мест партии для определения качества продукции случайным образом выборку из неповрежденной транспортной тары по возможности каждой даты выработки. В зависимости от размера партии (по количеству транспортной тары) определяют объем выборки (штук транспортной тары), не менее двух единиц упаковки.

Для органолептической оценки качества рыбы из отобранной транспортной тары осмотру подвергают 3-5 кг продукта или 3-5 единиц потребительской тары, а для мороженых продуктов в виде блоков - 1-2 блока.

Если при органолептической оценке качества продукта возникают сомнения или разногласия, из разных мест каждой вскрытой транспортной тары отбирают точечные пробы и составляют объединенную пробу, а из нее среднюю. Качество мороженой рыбы определяют по следующим показателям:

- внешнему виду:
- наличие наружных повреждений,
- чистота и цвет поверхности тела рыбы,
- наличие и характер подкожного пожелтения, консистенции;
- запаху;
- правильности разделки (для рыбы разделанной).

Порядок выполнения задания 3.5.

Определите вид рыбы, к какому семейству она относится.

Определите размер рыбы (массу или длину) по стандарту.

Установите степень замороженности тела рыбы. Для определения замороженности рыбу постукивают деревянным предметом. Удовлетворительно замороженная рыбы имеет твердую сухую поверхность и при постукивании издает ясный чистый звук; талая или плохо замороженная рыба при постукивании звучит глухо.

Определите температуру в мышцах мороженой рыбы. Для определения температуры мороженой рыбы в ее хребтовой части делают отверстие до места сочленения ребер с позвоночником, в которое вставляют термометр.

Проведите органолептическую оценку качества образца в последовательности, предусмотренной стандартом.

Определение цвета и внешнего вида.

Внешний вид мороженой рыбы определяют по чистоте поверхности, ее окраске, упитанности, наличию механических повреждений и пожелтений. При определении степени пожелтения подкожной ткани с рыбы после размораживания снимают кожу. При необходимости определения пожелтения, проникшего в толщу мяса, на рыбе делают поперечные надрезы.

Определение консистенции.

Консистенцию мяса определяют легкой пальпацией после раз-

мораживания рыбы до температуры от 0 до $5\,^{0}$ С, в воде при температуре не выше $15\,^{0}$ С или на воздухе при температуре не выше $20\,^{0}$ С. У рыбы с ослабевшей консистенцией ямка, образующаяся от надавливания пальцем, не восстанавливается, а реберные кости, и позвоночник легко отстают от мяса.

Определение запаха.

Запах мороженой рыбы следует определять после оттаивания. Однако в товароведной практике определяют запах непосредственно в мороженой рыбе. Для этого используют металлический пырок (специальную шпильку или обоюдоострый нож). Нож нагревают горячей водой, вводят в мышечную ткань и затем вынимают и определяют запах.

Результаты запишите по следующей форме:

Таблица – Результаты органолептической оценки представленных образцов рыбного сырья

Показатели	Фактиче-	По ГОСТ	Заключе-
	ски		ние
В соответствии с требовани-			
ями нормативной документа-			
ции			

После проверки соответствия способа разделки и показателей качества требованиям стандарта сделайте заключение о качестве и сортности рыбы.

5. Вопросы для самоконтроля

- 1. Что означает термин "рыба-сырец"?
- 2. Как осуществляют транспортировку живой рыбы?
- 3. Какая рыбная продукция считается замороженной?
- 4. Подразделяет ли стандарт охлажденную рыбу на товарные сорта?
- 5. Укажите сортовое деление мороженой рыбы и филе.
- 6. В чем отличие мороженой рыбы второго сорта от первого? Какие

- наружные повреждения допускаются в мороженой рыбе второго сорта?
- 7. Как проводится приемка рыбы по количеству?
- 8. Каким образом осуществляют приемку охлажденной и мороженой рыбы по качеству?
- 9. Какая температура должна быть в толще мяса у позвоночника охлажденной рыбы?
- 10. Какая температура должна быть в толще блоков рыбы или тела мороженой рыбы при выгрузке из морозильных камер?
- 11. Каким образом определяют степень свежести рыбы по органолептическим показателям?
- 12. Какими нормативными документами следует руководствоваться при определении качества мороженой рыбы?
- 13. Какие требования предъявляют к качеству мороженой рыбы?
- 14. Каковы условия и сроки хранения мороженой рыбы?
- 15. Почему в процессе хранения мороженой рыбы в холодильнике может происходить ее порча?
- 16. Охарактеризуйте физические свойства сырья животного происхождения и гидробионтов.
- 17. Пищевая и технологическая ценность животного сырья и гидробионтов. Влияние на пищевую ценность технологических факторов.
- 18. В каких случая указывается срок хранения при маркировке рыбопродуктов, в каких случаях срок годности?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

Использование инструментальных методов для оценки консистенции. Реологические методы исследования.

1. Теоретическая часть

Многие технологические процессы пищевой промышленности связаны с механическим воздействием на продукт, находящийся в вязкопластичном состоянии. Большое значение имеет также межоперационное транспортирование полуфабриката по трубам и на различных, конвейерах.

Во всех перечисленных случаях выбор технологического оборудования, определение режима его работы обусловливается физико-механическими и, в первую очередь реологическими свойствами перерабатываемых или транспортируемых пищевых масс, полуфабрикатов и готовых изделий. При создании совершенных технологических процессов, позволяющих получить готовый продукт высокого качества, необходимо практически в каждом конкретном случае изучать целый комплекс физико-механических свойств. Эти свойства характеризуют поведение пищевых масс под действием механических нагрузок со стороны рабочих органов машин.

Пищевые продукты мясной, молочной и рыбной промышленности в качестве дисперсных систем очень сложны по химическому составу и обладают различными свойствами, которые в совокупности составляют их качество. Наиболее полно можно судить о качестве продукта по тем физическим свойствам, которые зависят от химического состава и определяются внутренним строением продукта. К таким свойствам относятся структурно-механические, или, как их называют реологические характеристики сырья и продуктов, которые определяют существенные аспекты их технологического качества и поведения в различных процессах переработки, связанных с деформированием или течением.

К основным реологическим физико-механическим свойствам материалов относятся: упругость, пластичность, вязкость и прочность и т.д.

Упругость – это способность тела при деформации полностью

восстанавливать свою первоначальную форму. Пластичность — это способность тела под действием внешних сил необратимо деформироваться без нарушения сплошности. Вязкость или внутренне трение — это мера сопротивления течению (смещению слоев).

Прочность — это способность тела воспринимать нагрузку без разрушения и образования остаточной деформации. Большое внимание в реологии также уделяется и другим физико-механическим свойствам материалов.

Твердость — это комплексное свойство негуковских тел оказывать сопротивление проникновению другого тела вследствие необратимых (упругой и вязкой) деформаций. При негомогенном структурном строении тел микротвердость в различных точках неодинакова. Вследствие этого прямой зависимости между твердостью и прочностью не существует. Твердость нельзя выразить как физическую величину с однозначной размерностью. Она является некоторым техническим параметром, который выражается в относительных величинах в зависимости от метода определения.

Твердость определяется следующими методами: нанесение царапин (шкала твердости по Мосу); внедрение в исследуемое тело более твердого тела, например шара (твердость по Бринелю), конуса (твердость по Роквеллу), пирамиды (твердость по Викерсу). Коэффициент твердости рассчитывают по величине силы и геометрическим параметрам остаточной деформации (шарового сегмента глубине внедрения).

Между коэффициентами твердости, полученными с помощью различных методов, существуют определенные соотношения.

Мягкость – свойство, противоположное твердости.

Хрупкость — свойство твердых тел достигать разрушения без пластической деформации. Чисто гуковские тела обнаруживают хрупкое разрушение при любой скорости деформации. У негуковских тел хрупкое разрушение наступает только при высоких скоростях деформации или низких температурах, когда теряют действие вязкие свойства.

Когезия — сопротивление тела разрушению, связанному с преодолением сил взаимодействия между атомами и молекулами на по-

верхности раздела. Между работой когезии и работой хрупкого разрушения существует прямая зависимость.

Адгезия — свойство, которое основывается на взаимодействии двух различных тел на границе раздела фаз и вызывает сцепление тел. При разделении тел необходимо преодолеть силы сцепления. Прочность соединения двух тел из различных материалов зависит от площади и состояния поверхности контакта между телами.

Липкость – свойство пограничного слоя вязких или пластичных материалов оказывать сопротивление разделению находящихся в контакте поверхностей. Оно основывается на адгезии материалов на поверхности раздела и когезии самого испытуемого материала. Если силы когезии больше чем силы адгезии, разделение происходит в результате преодоления сил адгезии, и наоборот. Если обе силы приблизительно равны, разделение происходит благодаря частичному преодолению сил когезии и адгезии.

Консистенция - это совокупность реологических свойств продуктов с различной структурой, это степень плотности, твердости пищевой системы.

Структура - это строение продукта, характеризуемое размерами, формой и расположением частиц. По структуре биотехнологические продукты можно разбить на следующие группы: структурированные жидкости (молоко, сливки, концентрированное молоко без сахара, бульоны, расплавленный жир и т.д.), вязко-пластичные (фарш для вареных колбас, мясные паштеты, сметана, творожные изделия, сгущенное молоко с сахаром и т.д.) и пластичные (фарш для полукопченых и сырокопченых колбас, плавленые сыры и т.д.) системы, а также упруго-эластичные (готовые мясные и рыбные колбасы, цельнокусковые мясные и рыбные изделия, сычужные сыры и т.д.) продукты, обладающие иными, чем ньютоновские жидкости структурномеханическими свойствами.

Классическими объектами инженерной физико-химической механики являются дисперсные (коллоидные) системы, состоящие из двух и более фаз. В них дисперсионной средой является непрерывная фаза, дисперсной фазой - раздробленная фаза, состоящая из частиц, не контактирующих друг с другом. При этом под фазой понимается со-

вокупность гомогенных частей системы, ограниченных от других частей физическими поверхностями раздела.

Общеизвестно, что дисперсионная среда - это непрерывная фаза (тело), в объёме которой распределена другая (дисперсная) фаза в виде мелких твёрдых частиц, капелек жидкости или пузырьков газа. Дисперсионная среда может быть твёрдой, жидкой или газовой; в совокупности с дисперсной фазой она образует дисперсные системы

Дисперсные системы, в которых отдельные элементы связаны друг с другом молекулярными силами (гель), образуют структуру, т.е. пространственный каркас. К таким структурам относится большинство пищевых сред (простокваша, кефир, фарш и др.).

При определении реологического поведения продукта приведенные в таблице данные позволяют отнести его к той или иной группе: сыпучим, жидко- и твердообразным (в зависимости от концентрации дисперсной фазы) или твердым. В реологии жидкообразные продукты принято называть золи, а твердообразные - гели. Гель - это дисперсная система, имеющая пространственную структуру и свойства твердых тел (способна сохранять форму, прочность и упругость).

По данным ученых по структурным признакам и по преобладанию определенной формы связи воды с материалом пищевые системы можно подразделять на три группы: 1) капиллярно-пористые (физико-химическая форма связи влаги); 2) коллоидные (физико-химическая форма связи влаги) — золи, гели (например, мышечная ткань рыбы); 3) коллоидно-капиллярно-пористые, имеющие свойства, присущие продуктам первой и второй групп (например, мясной фарш, творожносырковая масса) (Косой, 2007).

Упрощенная классификация дисперсных пищевых продуктов, не учитывающая дисперсности и типы контактов между фазами, приведена в таблице 1.

Таблица 1 – Классификация пищевых дисперсных систем

Дисперсион-	Дисперсная	Название	Примеры
ная среда	фаза	системы	
Газ	Твердая	Пыль, дым	Сухой порошок (мука) в воз- духе
	Жидкая	Туман	Дисперсия молока в распыли- тельной сушилке
	Газообразная	_	_
Жидкость	Твердая	Суспензия	Плодоовощные соки с мяко- тью, сырковая масса, колбас- ный фарш
	Жидкая	Эмульсия	Масло в воде, молоко
	Газообразная	Пена	Крем, взбитые сливки
Твердое тело	Твердая	Твердая сус- пензия, сплав	Замороженное мясо
	Жидкая	Твердая эмульсия	Сливочное масло
	Газообразная	Пористое тело	Сыр

Продукты в таблице 1 отнесены к той или иной системе по главнейшим признакам. Например, колбасный фарш после куттерования представляет собой суспензию, насыщенную воздушными пузырьками, то есть трехфазную систему. Один и тот же продукт (сливочное масло) в зависимости от температуры может быть отнесен к разным системам. Механическое воздействие (резание, взбивание, перемешивание) также может вызвать переход из одного вида дисперсии в другой.

В продуктах первой группы перенос влаги в виде жидкости или пара происходит по капиллярам под действием соответственно капиллярного или парциального давления.

Перенос влаги в продуктах второй группы осуществляется от слоя, более насыщенного влагой, к менее насыщенному. В продуктах, находящихся в коллоидном состоянии, потенциалом переноса влаги служит энергия связи молекул воды с полярными группами коллоидных частиц. Перенос влаги в коллоидных продуктах обусловлен градиентом осмотического давления и связан с ее существенной усадкой, что характерно для сырокопченых и сыровяленых колбас. В продуктах

третьей группы сочетаются оба рассмотренных механизма. При этом внутри частиц перенос влаги происходит как в коллоидных продуктах, частицы которых образуют пространственный каркас, а вне их — по характеру соответствует капиллярно-пористым продуктам.

Для их описания используются кривые течения или деформирования (реограммы), которые связывают между собой напряжение и скорость деформации (деформацию). Характер реограмм, как правило, дает возможность отнести данный реальный продукт к тому или иному виду реологических тел.

Пищевые системы, рассматриваемые как дисперсные системы, по интенсивности молекулярных взаимодействий на границе раздела делятся на две основные группы: лиофильные и лиофобные, а также на свободнодисперсные (золи) и связаннодисперсные (гели). Лиофильные системы устойчивы, т.е. стабильны во времени. Лиофобные системы неустойчивы и постепенно разрушаются, отделяя дисперсную фазу в результате коагуляции - укрупнения ее частичен под влиянием молекулярных сил сцепления.

К свободнодисперсным системам относятся деструктурные, в которых частички дисперсной фазы не связаны друг с другом в одну сплошную пространственную сетку и могут независимо перемещаться в дисперсионной среде под действием силы тяжести или благодаря тепловому движению. К связаннодисперсным — относятся системы, в которых частички взаимодействуют друг с другом за счет молекулярных сил, формируя в дисперсионной среде своеобразные пространственные сетки, как каркасы структуры. Частички, образующие структуру, не способны к взаимному перемещению и могут совершать лишь колебательные движения.

По классификации акад. П.А. Ребиндера *структуру* пищевых продуктов можно разделить на коагуляционные и конденсационно-кристализационные. *Коагуляционные* структуры образуются в дисперсных системах путем взаимодействия между частицами и молекулами через прослойки дисперсионной среды за счет Ван-дер-Ваальсовых сил сцепления. Толщина прослойки соответствует минимуму свободной энергии системы. Термодинамически стабильны системы, у которых с поверхностью частиц прочно связаны фрагменты молекул, способные без утраты этой связи растворяться в дисперсионной среде.

В свою очередь дисперсионная среда находится в связанном состоянии. Обычно эти структуры обладают способностью к самопроизвольному восстановлению после разрушения (тиксотропия). Нарастание прочности после разрушения происходит постепенно, обычно до первоначальной прочности. Толщина прослоек в определенной мере зависит от содержания дисперсионной среды. При увеличении ее содержания значения сдвиговых свойств обычно уменьшаются, а система из твердообразной переходит в жидкообразную. При этом степень дисперсности, то есть преобладающий размер частиц, даже при постоянной концентрации фазы оказывает влияние на состояние системы и ее прочность.

При обезвоживании коагуляционных структур (при увеличении содержания дисперсной фазы) прочность их повышается, но после определенного предела они перестают быть обратимо-тиксотропными. Восстанавливаемость структуры сохраняется в пластично-вязкой среде, когда разрушение пространственного каркаса происходит без нарушения сплошности. К коагуляционной структуре относится фарш сырокопченых колбас.

При образовании коагуляционных структур во многих пищевых продуктах существенную роль играют поверхностно-активные вещества и растворенные в воде белки, которые выступают в качестве эмульгаторов и стабилизаторов образуемых систем и могут существенно изменять их структурно-механические характеристики.

Для описания долговечности структуры, например, желатина, альбумина под нагрузкой П.А. Ребиндер процесс разрушения рассматривает как термомеханический, когда благодаря тепловому воздействию преодолевается энергетический барьер (энергия активации), ослабленный действием механического напряжения.

Конденсационные структуры образуются из коагуляционных в случае практически полного удаления жидкой фазы и срастания частиц дисперсной фазы, в том числе и в процессе сушки. В процессе образования конденсационной структуры прочность ее постепенно возрастает до постоянной величины. После разрушения (резания, разжевывания и т.д.) конденсационные структуры не восстанавливаются.

Кристаллизационные структуры образуются из раствора при

повышении его концентрации или охлаждении путем срастания частиц дисперсной фазы или молекул при активном химическом взаимодействии. В начале процесса прочность структуры увеличивается, а в конце структура приходит к неустойчивому состоянию с наличием внутренних напряжений. После разрушения кристаллизационной структуры, как и конденсационные, не восстанавливаются, и их считают скорее твердыми, чем пластичными.

Конденсационно-кристализационные структуры присущи натуральным продуктам, однако могут образовываться из коагуляционных при удалении дисперсионной фазы в процессе тепловой обработки (коагуляция или денатурация белков), при охлаждении расплавов, охлаждении или увеличении концентрации растворов. В процессе образования эти структуры могут иметь ряд переходных состояний: коагуляционно-кристализационные, коагуляционно-конден-сационные; их образование характеризуется непрерывным нарастанием прочности.

Основные отличительные признаки структур такого типа следующие:

- большая по сравнению с коагуляционными прочность, обусловленная высокой прочностью самих контактов;
- отсутствие тиксотропии и необратимый характер разрушения; высокая хрупкость и упругость из-за жесткого скелета структуры; наличие внутренних напряжений, возникающих в процессе образования фазовых контактов и влекущих в последующем за собой перекристаллизацию и самопроизвольное понижение прочности вплоть до нарушения сплошности, например растрескивание при сушке.

Таким образом, вид структуры продукта обусловливает его качественные и технологические показатели и поведение в процессах деформирования.

Сдвиговые свойства пищевых систем представляют основную группу структурно-механических свойств. Характеристики, определяющие эти свойства, можно использовать для самых различных целей – от оценки дисперсности систем и качества продукта до расчета трубопроводов, машин и аппаратов.

Деформация – это изменение линейных размеров тела, при кото-

ром частицы его (или молекулы) смещаются одна относительно другой без нарушения сплошности тела. Различают сдвиговые, одноосные (линейные) и объемные деформации. Сдвиговая деформация аналогична линейной и отличается от нее направлением действия напряжений. При сдвиговых деформациях — это касательные напряжения, при одноосных (линейных) и объемных — нормальные напряжения.

Простой сдвиг — это плоская деформация, параллельная неподвижной плоскости и обусловленная действием касательных напряжений на гранях материала. Напряжения (Па) сдвига или деформации растяжения-сжатия представляют собой меру внутренних сил P(H), возникающих них под влиянием внешних воздействий. В зависимости от направления приложения силы напряжения могут быть касательными или нормальными σ .

Численное значение напряжения — это отношение силы P(H) к площади $F(M^2)$ поверхности, нормальной к вектору приложения силы.

Сдиговые свойства используют для изучения и расчета течения структурированных жидкостей (молоко, мясные бульоны, др.) и пластично-вязких систем (фарши), а также для оценки поведения упруго-эластичных продуктов (готовые колбасные изделия и др.) при воздействии на них касательных сдвиговых напряжений. К основным сдвиговым свойствам пищевых систем относятся статическое и динамическое предельные напряжения сдвига, эффективная и пластическая вязкости, пластичность структуры, условно мгновенный модуль упругости, эластичный и равновестный модули упругости, период релаксации.

Статическое предельное напряжение сдвига θ_0 (Па) численно равно усилию, приходящемуся на единицу поверхности продукта, при превышении которого продукт начинает течь, т.е. это напряжение, после достижения которого в системе начинают развиваться необратимые деформации.

Динамическое предельное напряжение сдвига $\theta_{0д}$ (Па) — это напряжение, численно равное длине отрезка, отсекаемого на оси абс-

цисс прямой линии, характеризующей зону пластично-вязкого течения, в координатах градиент скорости сдвига — напряжение сдвига.

Эффективная вязкость η_{θ} (Па·с) — это так называемая кажущаяся вязкость, которая является переменной величиной и зависит от градиента скорости сдвига продукта, т.е. итоговая переменная характеристика, описывающая равновесное состояние между процессами восстановления и разрушения структуры в установившемся потоке. Она характеризуется углом наклона прямой линии, соединяющей начало координат с соответствующей точкой кривой или прямой течения функции γ от θ . С увеличением напряжения сдвига эффективная вязкость уменьшается. Для структурированных жидкостей вязкость характеризуется углом наклона прямой γ = f (θ), выходящей из начала координат.

Пластическая вязкость η_m (Па·с) — это величина постоянная, характеризуемая углом наклона прямой в осях координат градиент скорости γ (c⁻¹) —напряжение сдвига θ (Па), не выходящей из начала координат и отсекающей на оси абсцисс отрезок, равный статическому предельному напряжению сдвига θ_0 (Па).

Динамическая вязкость ньютоновской жидкости η ($\Pi a \cdot c$) — это величина постоянная и характеризует сопротивление ньютоновской жидкости касательным силам внутреннего трения и изменению своей формы в процессе течения. Определяется вязкость по уравнению Ньютона:

$$\theta_{\text{вязк}} = \eta \dot{\gamma}, \text{ или } P = \eta F \frac{du}{dx},$$
(2)

 θ вязк — коэффициент динамической, или абсолютной вязкости, который характеризует величину усилий, возникающих между двумя элементарными слоями при их относительном смещении, $\Pi a \cdot c$;

 γ – градиент скорости, c^{-1} ;

Р- сила сопротивления между элементарными слоями (Н);

F – площади их соприкосновения.

При течении материала реакция R (рис.1) зависит как от силы P, так и от вязкодеформируемого материала.

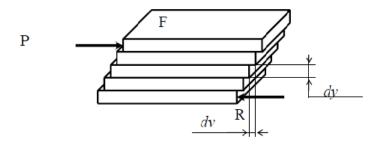


Рис. 1. Сдвиг материала между двумя пластинами Напряжение сдвига т, Па

$$\tau = ----$$
P
(3)

где т – напряжение сдвига, Па

F – площадь верхней или нижней пластины, м.

Р – сила, Н.

Градиент скорости — одно из важнейший понятий. Если деформация под действием конечных сил увеличивается непрерывно и ограниченно, то материал начинает течь. Установившийся режим течения характеризуется градиентом скорости, который по смыслу аналогичен скорости деформации.

Скорость сдвига ү, с-1

где dv — скорость сдвига элементарного слоя относительно соседнего слоя, m/c:

dy – толщина элементарного слоя, м.

Для ньютоновских материалов напряжение сдвига пропорционально вязкости η , $\Pi a \cdot c$, и скорости сдвига

$$\tau = \eta^* \gamma \tag{5}$$

Вязкость не зависит от скорости сдвига, а изменяется в зависимости от температуры и давления в данной системе. Величина, обратная вязкости, называется текучестью. Когда необходимо учитывать массу измеряемой среды, определяют кинематическую вязкость ν , M^2/c ,

где ρ - плотность среды, кг/м³.

Течение реальных материалов, перерабатываемых в пищевой промышленности, плохо описывается уравнением (3). В уравнение (3) входит коэффициент вязкости η, который является константой, то есть для данного материала он постоянен и не зависит от приложенных напряжений и от возникших при этом скоростей сдвига слоев жидкости друг относительно друга. Рассмотрение же течения реальных материалов говорит о том, что коэффициент вязкости, характеризующий большую или меньшую сопротивляемость сдвигу слоев друг относительно друга, является величиной не постоянной, зависящей от величины приложенных напряжений или скоростей сдвига.

У большинства перерабатываемых пищевых систем этот коэффициент уменьшается с ростом напряжений или скоростей сдвига. Объясняется это тем, что пищевые системы - это, как правило, структурированные системы, то есть системы, имеющие определенную макро- и микроструктуру. Как только начинаем прикладывать напряжение - начинается сдвиг слоев друг относительно друга, с каким то сопротивлением, определяемым организовавшейся структурой. Чем больше прикладываемые напряжения и скорости сдвига, тем в больших местах происходит разрыв связей компонентов структуры, неправильной формы частицы все больше ориентируются по потоку. За счет этого происходит уменьшение сопротивление смещению слоев друг относительно друга, то есть падает вязкость, определяемая коэффициентом вязкости, который, следуя ньютоновскому понятию вязкости, называется эффективной вязкостью $\eta_{3\phi}$.

$$\eta_{9\phi} = ----, \Pi a \cdot c$$
 γ
(7)

Итак, если у ньютоновской идеальной вязкости жидкости коэффициент вязкости постоянен, то у реальных пищевых жидкостей коэффициент эффективной вязкости не является константой. "Аномальное" вязкое течение пищевых систем наиболее часто встречается. И лишь очень немногие реальные жидкости подчиняются "нормальному" ньютоновскому закону.

Оствальд в 30-е годы ввел понятие структурированной системы, для которой можно наблюдать закон изменения эффективной вязкости (рис. 2).

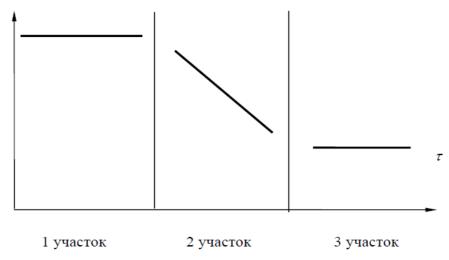


Рис.2. Зависимость эффективной вязкости от напряжения для структурированных систем

У реальных пищевых масс, структурированных систем, можно наблюдать три участка: участок 1 - малые сдвиговые напряжения, практически неразрушенная структура и соответствующая ей большая, носящая ньютоновский $\eta_{3\varphi}$ характер (константа) вязкость; участок 2 - растут напряжения, все больше разрушается структура, все меньшее значение приобретает эффективная вязкость; участок 3 - практически разрушена структура, вновь начинается ньютоновское течение, но уже с наименьшим значением вязкости.

Технохимические показатели сырья животного происхождения

и рыбы взаимосвязаны с их структурно-механическими характеристиками, что необходимо учитывать при производстве комбинированных, структурированных и формованных пищевых продуктов из данного сырья. Для проектирования состава пищевых продуктов с заданной пищевой и биологической ценностью из сырья животного происхождения и рыбы одним из важных показателей является консистенция, которую характеризуют структурномеханические характеристики, коррелирующие с органолептической опенкой.

Взаимосвязь структурно-механических характеристик и функционально-технологических свойств мяса животного сырья и мышечной ткани рыб подтверждена тем, что составляющие основную часть мышечной ткани саркоплазматические (белки миофибрилл и межфибрилльной плазмы) и белки сарколеммы оказывают определенное влияние на функционально-технологические свойства фаршей из них, в том числе на его формуемость, зависящую от студнеобразующей способности мяса.

Между количественным содержанием белка, упруго-механическими свойствами и влагоудерживающей способностью (ВУС) учеными установлены прямые связи, выражаемые через ряд коэффициентов: степень обводнения белка или белково-водный (БВК), водно – белковый (ВБК), белково-водно-жировой $((Б+\phi)/B)$, коэффициенты жирности (ϕ/B) и степени обводнения жира (ϕ/W) .

Например, у низкобелковых рыб БВК колеблется от 0,072 до 0,084; среднебелковых — от 0,130 до 0,180; белковых — от 0, 241 до 0,261 и высокобелковых — от 0,264 до 0,374. Чем выше БВК, тем больше плотность мышечной ткани, усиливается «сухость» мяса, структура которого меняется от слабостуденистой до крошливой, и выше ее ВУС. В тоже время такие свойства, как сочность зависят от не столько от БВК, сколько от белково-водно-жирового коэффициента (БВЖК) и поэтому при определении направлений переработки сырья необходимо рассматривать именно его.

Для оценки качества фаршей используют соотношения растворимых белковых фракций мышечной ткани. Например, в зависимости от величины белкового коэффициента «К», рассчитываемого как отношение солерастворимых белков к водорастворимым, рыбное сырье

океанического и морского промысла дифференцировано на три группы: к первой группе отнесены рыбы со сравнительно низким содержанием солерастворимых белков при «К», варьирующем от 0,58 до 0,64 (путассу, сайда, мерланг, тресочка Эсмарка), фарши из которых характеризуются самыми низкими органолептическими и реологическими свойствами; ко второй при «К», изменяющимся от 0,80 до 1,15 - аргентина, хек, морской язык, рыба-пятак; к третьей, содержащей значительное количество солерастворимых белков, при «К», входящим в интервал 1,15-1,60, отнесены морской петух и морской карась.

Ученым установлена взаимосвязь белкового коэффициента «К» (он колеблется от 0,4 до 1,5) с ВУС мышечной ткани и содержанием солерастворимых белков у океанических и морских рыб. В зависимости от значений этих показателей они дифференцированы на три условные группы: первая группа – тощие с содержанием жира 0,8-1,0 % (путассу, сайда, мерланг, тресочка Эсмарка, минтай) с низким содержанием солерастворимых белков в мышечной ткани и К< 1,0 (0,5-1,0), фарш из которых имеют низкую влагоудерживающую способность (ВУС менее 50 %); вторая группа - тощие с содержанием жира 1,4-3,0 % (аргентина, хек, морской язык), для мяса которых К равен 1,0 (1,0-1,2) и фарши из них обладают удовлетворительной формующей способностью (ВУС составляет 50-60 %); третья группа – среднежирные с содержанием жира 3.2 - 6.2 % (морские караси, морские окуни, ставриды) со сравнительно высоким содержанием солерастворимых белков (К > 1,2), фарши из которых имеют удовлетворительную формующую способность и ВУС, варьирующую от 60 до 70 %.

Абрамовой Л.С. (1989) для характеристики способности к формованию морских и океанических рыб (минтай, ставрида, хек, горбуша, кета), рыб внутренних водоемов (карп, сазан, толстолобик, пиленгас, форель) введен коэффициент структурообразования (K_{ct}), представляющий собой отношение азота солерастворимой фракции белка к общему содержанию азота, а также использован условный белковый коэффициент (K_6), определяемый как отношение содержания азота солерастворимой фракции белка к азоту водорастворимой фракции.

Масловой Г.В. (2002) на примере рыб внутренних водоемов

(карп, карась, судак, щука, лещ, линь), океанической и морской (треска, морской окунь, скумбрия, ставрида, сельдь, камбала, палтус, нототения, тунец, килька, салака, большеголов, гладкоголов, лунник, зубатка) установлена взаимосвязь между содержанием воды и структурно-механическими характеристиками мышечной ткани и установлено, что, чем выше отношение воды к сумме водо- и солерастворимых белков, содержащихся в рыбном фарше, тем меньше его пластическая прочность.

Сюткиным С.В. (2004) на основании данных химического состава, расчета коэффициентов, отражающих соотношение белков и жиров, структурно-механических характеристик разработана классификация океанических, морских и некоторых рыб внутренних водоемов на четыре группы, в основе которой заложено использование критерия химического состава и показателя эффективной вязкости, как доминантной характеристики для оценки функционально-технологических свойств фаршей, обусловленных структурно-биохимическими изменениями в процессе технологической обработки. Разработанная методика позволяет рассчитать с большей достоверностью эффективную вязкость любого вида фарша с определенной степенью измельчения.

Биотехнологические продукты имеют различную структуру и подвижность, характеризуемые качественным показателем - консистенцией.

Консистенция - это совокупность реологических свойств продуктов с различной структурой. Для расчета критерия химического состава и эффективной вязкости использованы следующие формулы расчета:

Расчет критерия химического состава проводили по формуле:

$$\mathbf{K} = -----;$$

$$\mathbf{\phi}^* \mathbf{U}_{\mathbf{w}}$$
(8)

где К – критерий химического состава;

 \mathbf{b} , ϕ – содержание соответственно белка и жира, %;

 U_{w} - влагосодержание, т.е. содержание влаги в 1 кг. абсолютно сухого остатка, кг/кг, рассчитывали по формуле:

W	
<u>U</u> _w =;	(9)
1- W	

где W – содержание воды в рыбном фарше, дол. ед.

Комплексный коэффициент химического состава (K_y) - по формуле:

где Б/W и ϕ /W - коэффициенты обводнения белка и жира соответственно.

Для оценки реологических свойств и структурно-механических характеристик объектов исследования пользовались графической зависимостью эффективной вязкости $\eta_{9\varphi}$ от химического состава $\eta_{9\varphi}=f$ (К), разработанной для фаршей (Маслова, 2002; Сюткин, 2004), согласно которой зависимость эффективной вязкости от химического состава $\eta_{9\varphi}=f$ (К) представлена в виде двух прямолинейных зон. Первая зона характеризуется интенсивным ростом эффективной вязкости от К в пределах от 0,9 до 2,4. Вторая зона незначительного роста $\eta_{9\varphi}$ фарша от его химического состава, характеризуемого коэффициентом К, находится в пределах $2,4 \le K \le 15$.

В соответствии с установленной учеными графической зависимостью нулевая зона характеризуется значениями К от 0,3 до 0,9 и описывается следующей математической зависимостью:

$$\eta_{9\phi} = A*(1,1 - K) = 650*(1,1 - K)$$
 при $0,3 \le K \le 0,9$ (11)

где A - коэффициент, характеризующий темп возрастания $\eta_{9\varphi}$ от K, т.е. тангенс угла наклона функции η (K), имеющий размерность Πa^*c , равный 650;

К - критерий химического состава.

Первая зона интенсивного роста эффективной вязкости от К в пределах от 0,9 до 2,4 описывается следующей математической зависимостью:

$$\eta_{9\phi} = A*(K - 0.76) = 975*(K - 0.76) при 0.9 \le K \le 2.4,$$
(12)

где А - коэффициент, характеризующий темп возрастания $\eta_{9\varphi}$

от K, т.е. тангенс угла наклона функции η (K), имеющий размерность Па*с, равный 975;

К - критерий химического состава.

Вторая зона незначительного роста $\eta_{3\varphi}$ рыбного фарша от его химического состава, характеризуемого коэффициентом K, находится в предела $2,4 \le K \le 15$. Во второй зоне эффективную вязкость фаршей в зависимости от их химического состава (по критерию химического состава K) рассчитывается по следующей математической зависимости: $\eta_{3\varphi} = A^*(K+17,5) = 80^*(K+17,5)$ при $2,4 \le K \le 15$, (13)

где A- коэффициент, характеризующий темп возрастания $\eta_{9\varphi}$ от K, т.е. тангенс угла наклона функции η (K), имеющий размерность Πa^*c , равный 80;

К - критерий химического состава.

Погрешность расчета по зависимости (9) составляла не более 5 %:

$$m = 0.016 \sqrt{K} + 0.78 \tag{14}$$

Функциональная зависимость изменения эффективной вязкости при единичном значении градиента скорости сдвига от комплексного уточненного химического коэффициента K_y аналогична предыдущей $\eta_{9\varphi}$ =f (K) и состоит из двух зон, подчиняясь уравнениям 8 и 9 (Сюткин, 2004):

$$\eta_{9\phi y} = A*(K-1,08) = 950*(K_y - 1,08) при 1,15 \le K_y \le 2,8;$$
(15)

$$\eta_{9\phi y} = A*(K_{y}-1,75) = 80*(K_{y}-1,75) при 2,8 \le K_{y} \le 15;$$
(16)

 K_{y} - комплексный коэффициент химического состава.

Установленные учеными зависимости позволили разделить рыбные фарш на три группы.

Группа 1 — фарш с высокой стабильной консистенцией, в котором эффективная вязкость незначительно изменяется от критерия химического состава К, при этом темп их изменения равен 80 и характеризуется следующими параметрами: 2,4≤К≤16; 1600≤η≤2700 Па×с. При этом эту группу, согласно классификации рыбного фарша, предложенной Масловой Г.В., можно разбить на две подгруппы:

а) первая подгруппа, которая характеризуется следующими параметрами и их пределами: $7.5 \le K \le 16$; $2000 \le \eta \le 2700$ Па×с. В эту подгруппу входят фарши из рыб белковых тощих;

б) вторая подгруппа со следующими параметрами и их пределами: $2,4 \le K < 7,5$; $1600 \le \eta < 2000$ Па \times с. В эту подгруппу входит фарш из рыб высокобелковых маложирных.

Группа 2 — фарш с резко-контрастной консистенцией, которая изменяется в широких пределах при значительном изменении его химического состава. Темп изменения функции η =f (K) для этой группы выше по сравнению с первой группой более чем в 12 раз. Фарш второй группы ограничивается следующими пределами изменения определяющих характеристик: $0.94 \le K < 2.4$; $130 \le \eta < 1600$ Па×с. В эту группу входит фарш из белковых маложирных и белковых, высокобелковых, среднежирных рыб, а также из некоторых рыб низкобелковых, маложирных, которые практически находятся на точке раздела второй и третьей группы.

Группа 3 — фарш с мажущейся консистенцией (с повышенным содержанием жира в пределах от 10 до 18,5 %), при этом вязкость изменяется в обратной зависимости, по сравнению с первыми группами, от критерия химического состава (К). С увеличением К, в основном за счет увеличения содержания жира в фарше, вязкость его уменьшается. Пределы изменения основных характеризующих параметров следующие: $0.3 \le K < 0.9$; $130 \le \eta \le 520$ Па×с. К этой группе относится фарш из рыб среднебелковых жирных и белковых высокожирных.

Таким образом, фарши, для которых выполняются следующие зависимости: $2,4 \le K \le 16$ и $1600 \le \eta_{\ni \varphi} \le 2700$, отнесены к группе фаршей с высокой стабильной консистенцией. Фарши, для которых выполняются следующие зависимости: $0,9 \le K \le 2,4$ и $130 \le \eta_{\ni \varphi} \le 1600$, отнесены к группе фаршей с резко-контрастной консистенцией. Фарши, для которых выполняются следующие зависимости: $0,3 \le K \le 0,9$ и $130 \le \eta_{\ni \varphi} \le 520$, отнесены к группе фаршей с мажущейся консистенцией и повышенным содержанием жира.

2. Цель работы: по данным химического состава сырья животного происхождения и рыбы провести прогнозирование консистенции фаршей из них.

3. Задание

3.1. Установить химический состав пищевой системы – сырья

животного происхождения и рыбы (по заданию преподавателя): содержание белка, жира, минеральных веществ и воды.

- 3.2. Определить влагоудерживающую способность заданной пищевой системы
- 3.3. Рассчитать степень обводнения белка или белково-водный (БВК), водно белковый (ВБК), белково-водно-жировой ((Б+ ϕ)/В), коэффициенты жирности (ϕ /Б) и степени обводнения жира (ϕ /W).
- 3.4. Рассчитать критерий химического состава «K» и комплексный коэффициент химического состава « K_y ».
- 3.5. По данным химического состава и полученным коэффициентам рассчитать критерий химического состава «К» и комплексный коэффициент химического состава «Ку» (лабораторная работа 2), эффективную вязкость $\eta_{9\varphi}$ и уточненную эффективную вязкость $\eta_{9\varphi}$.
 - 3.6. Сделать заключение о проделанной работе.

4. Порядок выполнения работы

Для определения химического состава мясного и рыбного сырья могут быть использованы стандартные и экспресс-методы.

4.1 Приборы, оборудование, посуда

- доска для разделки рыбы, мяса;
- -нож;
- -мясорубка;
- -весы технические с пределами измерения от 0 до 200 г;
- -весы аналитические класса 2 c пределами измерений от 0 до $200 \ \Gamma$;
- -разновесы;
- -аппарат для определения общего азота прямым отгоном;
- -бюксы металлические с песком;
- -тигли, прокаленные в муфеле;
- -бюксы стеклянные или стаканчики емкостью 50-100 см;
- -муфельная печь;
- -водяная баня на 80 °C, 55 °C;
- -мерные колбы вместимостью 50, 100, 200 или 250 см;
- -конические колбы вместимостью 100 и 250 см³;
- -колбы конические вместимостью 300 и 100 см 3 с притертыми пробками;

- -пипетки вместимостью 15, 20, 25 см;
- -колбы Кьельдаля вместимостью 100 см³,
- -воронки стеклянные;
- -фарфоровая ступка;
- -сушильные шкафы на 80, 105 °C;
- -эксикаторы;
- термостат на 50 °C.

4.2 Подготовка пробы к анализу

Филе или тушку рыбы, куски мяса пропускают 2 раза через ручную мясорубку или один раз через электрическую Полученный фарш тщательно перемешивают и переносят в количестве 100 г в емкость, из которой материал берется на исследование. дополнительные компоненты (при использовании) измельчают в гомогенизаторе или в ступке.

4.3. Определение массовой доли белка

Сложность химической структуры белка и отсутствие в настоящее время сведений о формуле индивидуальных белков живых организмов вынуждают пользоваться косвенными методами определения их массовой доли. Общепринятым является метод минерализации исследуемого продукта и определение количества выделившегося при этом азота. Модификацией ею является метод Кьельдаля.

Сущность метода Кьельдаля заключается в том, что навеска продукта в специальной тугоплавкой колбе Кьельдаля кипятится с концентрированной H_2SO_4 (температура ее кипения 330 °C) до полного окисления органических веществ. Серная кислота при этом непрерывно выделяет кислород:

$$H_2SO_4 \rightarrow H_2O + SO_2 + O_2$$

Белки и другие органические соединения окисляются до конечных продуктов распада ${\rm CO_2}$ и ${\rm H_2O}$. Весь азот белков и азотсодержащих соединений отщепляется в виде аммиака, который сразу связывается серной кислотой и образует сульфат аммония

$$2NH_2 + H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_4$$

Для ускорения минерализации к сжигаемой навеске добавляют

ускорители: медь металлическую или в виде $CuSO_4$, $KMnO_4$, ртуть, селен отдельно или в смеси. Повышают точку кипения H_2SO_4 добавлением 5-6 г сульфата (или хлорида) натрия (или калия).

По окончании процесса сжигания весь азот в форме $(NH_4)_2SO_4$ при помощи избытка щелочи разрушают и отгоняют $(NH_4)^{-2}$ в приемную колбу с точным объемом титрованного раствора кислоты. Необходимо соблюдать условия, предупреждающие улетучивание части аммиака. По окончании дистилляции избыток кислоты оттитровывают щелочью и по разности рассчитывают количество азота. В ходе анализа протекают следующие реакции:

в перегонной колбе $(NH_4)_2SO_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2SO_4 + 2NH_3 + 2H_2O$, в приемной колбе $2NH_3 + H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_4$

Масса навески продукта, предназначенного для сожжения, устанавливается с таким расчетом, чтобы в ней содержалось 20 - 60 мг азота. Для воздушно-сухого образца, богатого белками, масса навески не должна превышать 0.5 г и соответственно быть больше для продуктов, содержащих меньше белка. При анализе жидких продуктов (бульоны, заливка и др.) точно отмеренный объем пипеткой вносится в колбу Къельдаля. Туда же заливают 10—20 см 3 концентрированной H_2SO_4 (p=1840 кг/м 3) и прибавляют 1 см 3 пергидроля.

По окончании сжигания содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$, охлаждают, доводят до метки, перемешивают.

Отгон аммиака паром проводят в аппарате, изображенном на рис. 3.

Контрольный опыт выполняют так же, как было описано выше, но без навески продукта.

Техника работы:

			11	12	13			
	_				+			
10 —		f	111	7		©Gerhardt		
	0	 			7		·	14
9 —			 (?)	\ /	NAME:		Time .	
		Ø	0 0	(- 1	<u> </u>		
8 - 7 -					J			15
,			X		\cap	កព្រ		
6 — 5 —		FØ	0 0	- تتا	-	,[-		16
5 -			<u> </u>				/apodest	
	0			غتت كم	וש			
4 -		 						
3 —					4			17
					T			
·		.		/ _				18
2 —				/ \				
4			 ገ :	-			HH	19
1	10	Τ_	<u>\</u>		-	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		20
							Ш	21
	(1	l				۷,

1 - Прижимное устройство для установки колбы или пробирки; 2 - Пробирка KTG/KMT, 250/100 мл или колба Къельдаля 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

Рис. 1 - Vapodest-30

Навеску в количестве 0,3-0,5г. взвешивают на аналитических

весах, количественно переносят её в колбу Къельдаля, доливают $10 \text{ cm}^3 \text{ H}_2 \text{SO}_4$ 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 cm^3 , охлаждают, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной безаммиачной водой. Отгон производят паром (до 150 cm^3) на системе «Vododest». В реактор наливают 20 cm^3 минерализата, в приемник — 30 cm^3 0,02н $\text{H}_2 \text{SO}_4$ и немного смешенного индикатора. Избыток кислоты оттитровывают 0,02н КОН до перехода окраски в грязно- зеленый цвет.

Расчетная формула:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) * K * B * V_3}{V_4 * m}$$
(17)

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

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

К - поправочный коэффициент для 0,02н КОН;

В - эквивалентное количество вещества, взятое на конкретное определение навески в 100 г. ($\hat{A} = E \cdot N = 0,28$ мг/см³ или 0,00028 г/см³);

 V_3 - объем колбы разведения, см³;

 V_4 - объем вытяжки, взятый на отгон, см³;

т - масса навески, г.;

100 — пересчет на 100 г.

Массовую долю белка рассчитывают по формуле:

$$X_1 = X \cdot 6,25 \,(\%),$$
 (18)

где X - содержание общего азота в мышечной ткани рыбы, %; 6,25 - коэффициент пересчета общего азота на белок.

4.4. Определение массовой доли воды

4.4.1 Определение массовой доли воды стандартным методом

Метод основан на высушивании материала до постоянной массы при температуре 100-105 °C. Количество влаги вычисляют по разности между начальной массой исследуемого материала и сухого остатка.

Навеску фарша в количестве 1,5-2 г взвешивают на весах с точностью 0,001 г в предварительно высушенном и взвешенном бюксе со стеклянной палочкой и 3-5 г песка. Фарш тщательно перемешивают с песком палочкой и распределяют тонким слоем по дну бюкса. Бюкс с пробой помещают в сушильный шкаф и подсушивают при 60-80 градусах в течение 30 мин.

После подсушки пробу сушат при $100\text{-}105~^{\circ}\mathrm{C}$ до получения постоянной массы. Первое взвешивание производят через 2 часа, последующие - через каждые $30\text{-}45~\mathrm{muh}$.

Перед каждым взвешиванием бюксу с пробой закрывают крышкой, охлаждают 20-30 минут в эксикаторе.

Высушивание и взвешивание продолжают до тех пор, пока различие между двумя повторными взвешиваниями будет не более 0,001 г. Иногда масса бюкса с материалом после повторной сушки увеличивается; в этом случае сушку прекращают и предыдущую массу считают окончательной.

Массовую долю воды в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M} \times 100 \tag{19}$$

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;

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

4.4.2 Порядок определения содержания влаги в продукте экспресс-методом на приборе Чижовой

Прибор Чижовой (прибор ВЧ) состоит из двух металлических

плит, соединенных между собой. В рабочем положении между плитами устанавливается зазор 2-3 мм. Плиты нагреваются вмонтированными в них электронагревателями. Температура плит контролируется и регулируется электроконтактным термометром. Колебания температуры плиты не превышают заданных параметров.

Для высушивания подготавливают бумажные пакеты, по качеству отвечающей газетной, размером 10 х 7 см. Для этого бумажный прямоугольник складывают пополам и открытые с трех сторон края загибают на 1 см. В пакет помещают соответствующих размеров вкладыш из фильтровальной бумаги, сложенный в два слоя. Пометки (маркировку) на пакетах можно делать графитовым (простым) карандашом.

Подготовленные пакеты высушивают в приборе Чижовой 3 минуты при температуре сушки продукта. Затем их помещают в эксикатор на 20 — 30 минут и после охлаждения взвешивают на аналитических весах. Взвешивание необходимо производить быстро, чтобы исключить увлажнение пакетов за счет водяных паров, присутствующих в воздухе помещения. По этой причине пакеты необходимо хранить в эксикаторе. Заготовленные заранее и высушенные пакеты не должны находиться в эксикаторе более двух часов.

Навеску продукта (от 2 - до 5 грамм) равномерно распределяют на нижней стороне вкладыша, края пакета загибают и после этого взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 грамма.

Пакеты с навеской помещают между рабочими поверхностями плит, нагретыми предварительно до заданной температуры сушки (150-165°C). Верхнюю плиту прибора при загрузке приподнимают под углом не более 45° .

Продукт сушат 3-5 минут (при температуре 150-165°С). Затем пакет помещают в эксикатор для охлаждения на 20 -30 минут и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0.001 г.

Массовую долю влаги (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m)}$$
(20)

где m_1 - масса пакета с навеской продукта до высушивания, Γ ; m_2 - масса пакета с навеской продукта после высушивания, Γ ;

4.4.3 Инфракрасная сушка

Сущность метода: Инфракрасные лучи при поглощении их различными материалами вызывают повышение температуры, причем тепловой эффект зависит от свойств материалов. Вода сильно поглощает инфракрасные лучи, благодаря чему быстро нагревается и испаряется.

Проведение анализа: в заранее высушенную до постоянной массы бюксу с песком и стеклянной палочкой отбирают 1,5-2,0 г хорошо измельченного фарша испытуемого образца. Навеску тщательно перемешивают до получения рыхлой однородной массы. Инфракрасную лампу мощностью 500 Вт, включают за 30 мин до сушки, при этом напряжение должно быть 110-120 Вт. Бюксу с навеской помещают под лампу, включают электродвигатель, который вращает стол. Сушка продолжается 15 мин при температуре 150-160°С, после чего бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

Содержание влаги (Х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} = 100, \%$$
 (21)

где: m₁ – масса бюксы с навеской до сушки, г;

 m_2 – масса бюксы с навеской после сушки, г;

т- навеска образца, г;

100 – пересчет в проценты.

Полученные данные оформляют в виде сводной таблицы.

Таблица 1 – Сводная таблица содержания воды

Наименование	Содержание влаги, %		
объекта	Способы высушивания		
	при t=105°C методом Чижова		

4.5. Определение массовой доли минеральных веществ

Метод определения содержания золы основан на полном сжи-

гании органических веществ, удалении продуктов их сгорания и определении оставшейся минеральной составной части.

В состав минеральной части входят металлы и неметаллы: Na, K, Ca, Mg, Fe, Br, Cl, S, P и др. Навеску исследуемого материала от 5 до 10 г (в зависимости от предполагаемого содержания минеральных веществ) взвешивают с точностью до 0,0001 г в предварительно прокаленном до постоянной массы фарфоровом тигле (или небольшой фарфоровой чашке), подсушивают в сушильном шкафе, обугливают на электрической плитке до полного прекращения выделения летучих веществ (дыма).

Тигель с обугленным материалом помещают в муфельную печь и озоляют сначала при умеренном нагревании. Затем постепенно поднимают температуру в муфельной печи и доводят стенки печи до темно-красного каления (температура приблизительно $500\,^{\circ}$ C).

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

Тогда тигель с золой помещают в эксикатор, охлаждают и взвешивают, после чего повторно прокаливают при темно-красном калении муфеля в течение 15-20 мин. и затем снова охлаждают и взвешивают. При повторном взвешивании масса золы не должна изменяться.

Массовую долю минеральных веществ в исследуемом материале в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M_2 - M_1}{M} \times 100 \tag{22}$$

где M_1 - масса пустого тигля, г;

 M_2 - масса тигля с золой, г;

М - масса исследуемого вещества, г.

4.6. Определение массовой доли жира

Под определением жира понимают определение "сырого жира", т.е. сложной смеси, состоящей из собственного жира (триглицеридов) и жироподобных веществ (фосфолипидов). В зависимости от свойств исследуемого материала определение жира может быть выполнено различными методами.

Из пищевого сырья жир извлекают экстракцией или центрифугированием. Первый способ основан на свойстве жиров не растворяться в воде, но легко извлекаться в раствор серным эфиром (температура кипения 35.6° C), сероуглеродом (46° C), петролейным эфиром ($50-60^{\circ}$ C) и другими органическими растворителями.

Стандартные экстракционные методы определения содержания жира очень продолжительны по времени, поэтому в практической деятельности часто пользуются ускоренными методами.

В данной работе определение содержания жира рекомендуется проводить по обезжиренному остатку (стандартный метод)

Определение жира производится по потере массы, взятой для экстракции сухой навески материала.

2-3 г исследуемого, тонко измельченного материала высушивают в бюксе в шкафу при 100-105 °C. Допускается использовать навеску фарша после определения влаги.

Высушенный материал количественно переносят в пакетик из фильтровальной бумаги размером 7х8 см. Остатки жира на стенках бюксы стирают кусочком ваты, смоченной в эфире. Вату помещают и тот же пакетик. Пакетик с навеской вкладывают в другой пакетик, сделанный о фильтровальной бумаги размером 8х9 см. Пакетики вкладывают один в другой с таким расчетом, чтобы швы их не совпадали во избежание потери вещества при экстракции Наружный пакетик нумеруют графитовым карандашом. Пакетик с материалом помещают в бюкс и высушивают при температуре 100-105 °С до постоянной массы. Высушенный пакетик с материалом помещают в экстрактор аппарата Сокслета. Извлечение жира производится серным эфиром и продолжается в течение 10-12 час.

После извлечения жира пакетик вынимают из экстрактора и помещают в вытяжной шкаф для испарения большей части эфира. Затем пакетик помещают в сухой тарированный бюкс и высушивают в шкафу (с электрическим обогревом!) при температуре 100-105 °C до постоянной массы, на что требуется от 1 до 3 час.

Для сушки исходного влажного материала и пакетиков с сухим материалом до и после экстракции удобно пользоваться одним и тем же бюксом.

Содержание жира в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(b - a) \cdot 100}{B} \tag{23}$$

где b - масса высушенного бюкса с пакетиком и материалом до экстракции, Γ ;

- а масса высушенного бюкса с пакетиком и материалом после экстракции, г;
 - в навеска вещества, г.

<u>4.7 Определение содержания влаги, жира, золы и белка в</u> одной навеске

Используя только одну навеску, в продукте может быть определено в течение непродолжительного времени содержание основных химических компонентов: влаги, жира, белка, золы.

В навеске массой 2-3 г сначала определяют содержание влаги. Ее измельчают, взвешивают с точностью до 1 мг в металлическом бюксе со стеклянной палочкой и затем высушивают в сушильном шкафу при 150° С в течение 1 ч или инфракрасными лучами в аппарате САЛ при температуре около 150° С в течение 15 мин.

Далее в навеске определяют содержание жира, устанавливая остаточную массу ее после обезжиривания петролейным или серным эфиром. Для этого в бюкс с навеской вливают 10-15 мл растворителя, выдерживают содержимое 3—4 мин, периодически перемешивая его стеклянной палочкой, и растворитель с экстрагированным жиром сливают. Производят 3—4 экстракции. После последней экстракции остатки растворителя удаляют путем выдерживания бюкса сначала на воздухе, затем в сушильном шкафу при 105°С в течение 10 мин.

Обезжиренную навеску озоляют, определяя в результате содержание в ней золы. Для этого навеску количественно переносят в прокаленный тигель, смывая остатки ее со стенок и дна бюкса небольшим количеством растворителя, например горячей дистиллированной водой. Растворитель из тигля удаляют нагреванием на кипящей водяной бане. После этого в тигель к сухой навеске добавляют 1 мл ацетата магния Навеску в тигле обугливают на электроплитке, затем озоляют

в муфельной печи при температуре 500-600 °C в течение 30 мин. Одновременно в другом тигле устанавливают массу 1 мл ацетата магния после озоления. Содержание белка в навеске определяют как разность между исходной массой навески и суммарной массовой долей влаги, жира и золы.

Результаты определения химического состава исследуемой пробы (указать вид) представляют в таблице 2.

Таблица 2 - Химический состав пищевых систем

Объекты исследова-	Содержание, %				
кин	воды жира белка минеральных ве-				

4.8 Прогнозирование технологических свойств фаршевого продукта

По данным химического состава объектов исследования рассчитать степень обводнения белка или белково-водный (БВК), водно — белковый (ВБК), белково-водно-жировой ((Б+ ϕ)/В), коэффициенты жирности (ϕ /Б) и степени обводнения жира (ϕ /W).

Результаты запишите по следующей форме (таблица 3):

Таблица 3 — Коэффициенты, характеризующие состояние мышечной ткани или проектируемого продукта

Объекты	Коэффициенты				
исследований	водно- белково-водно- степень обводнения				
	белковый жировой жира				

По данным химического состава и полученным коэффициентам рассчитать критерий химического состава «К» и комплексный коэффициент химического состава «Ку» (лабораторная работа 2), эффективную вязкость $\eta_{9\phi}$ и уточненную эффективную вязкость $\eta_{9\phi}$.

Результаты запишите по следующей форме (таблица 4):

Таблица 4 – Пищевые системы и их реологические свойства и структурно-механические характеристики

17 71					
Объекты	Показатели				
исследова-	критерий	комп	лексный	эффектив	уточненная
ний	химическо-	коэф	фициент	ная вяз-	эффективная
	го состава	хими	ического	кость $\eta_{9\phi}$	вязкость $\eta_{9\phi y}$
	(K)	сост	ава (Ку)		

По результатам сводной таблицы провести анализ полученных данных и выявить влияние вида сырья, полуфабриката и готовой продукции и его химического состава на коэффициенты, характеризующие реологические свойства объектов исследования.

4.9 Определение влагоудерживающей способность (ВУС) мышечной ткани или фаршевого продукта

Водоудерживающую способность (ВУС) определяют методом прессования. Метод основан на выделении воды из навески исследуемого материла путем прессования и определении количества оставшейся воды в навеске по площади «влажного» пятна.

Техника работы:

Навеску фарша массой около 0,3 г (взвешенную с погрешностью не более 0,01 г) поместить на предварительно взвешенный полиэтиленовый кружок и перенести последний на фильтр, положенный на плексигласовую пластинку (размером 10 на 10 см) так, чтобы навеска фарша лежала на фильтровальной бумаге (рис. 4). Сверху полиэтиленовый кружок закрыть плексигласовой пластинкой, на которую поместить груз массой 1 кг.

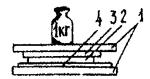


Рис. 4. Определение ВУС методом прессования

- 1 Плексигласовая пластинка
- 2 Навеска фарша;
- 3 Полиэтиленовый кружок;
- 4 Фильтр.

Продолжительность прессование 10 минут. По окончании прессования необходимо очертить контур пятна вокруг прессованного мяса и контур общего пятна распространения воды (рис. 2). После чего фильтр необходимо освободить от навески. Затем контур «влажного» пятна F (рис. 2) следует перенести на кальку, вырезать и взвесить с точностью до 0,0001 г. Для определения площади «влажного» пятна по его массе.

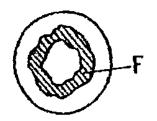


Рис.2. Контуры «влажного» пятна

Одновременно взвешивают квадрат из кальки площадью $100 \, \mathrm{cm}^2$. Расчетная формула:

$$F = \frac{M_1 * 100}{M_2}$$
 (24)

где: M_1 - масса «влажного пятна» (г)

 M_2 - квадрат из кальки, площадью 100cm^2 (г)

A = M * B

где: М - масса фарша, взятого на прессование (г);

В - массовая доля воды в исследуемом образце фарша (доли единицы);

$$A - (0,0084*F)* 100$$
BYC =----; %
(25)

где: A - количество воды в навеске фарша, взятого на прессование (Γ);

F - площадь «влажного» пятна (см²);

0,0084 - количество воды в 1см² «влажного» пятна.

Для мясных фаршей ВУС определяется следующим способом:

Образец массой $(5,00\pm0,01)$ г равномерно наносят стеклянной палочкой на внутреннюю поверхность широкой части молочного жиромера. Жиромер плотно закрывают пробкой и помещают на водяную баню при температуре кипения узкой частью вниз на 15 мин. Массу выделившейся влаги определяют расчетным путем по числу делений на шкале жиромера

Влагоудерживающая способность мяса (ВУС, %)

$$BVC = B-BBC. (26)$$

влаговыделяющая способность (ВВС,%) рассчитывается по следующей формуле:

$$BBC = a * n* m*100$$
 (27)

где $\, \, {\rm B} \,$ - общая массовая доля влаги в навеске, %; а - цена деления жиромера $a-=0.01\,$ см , $\, {\rm n}$ - число делений, $\, {\rm m}$ - масса навески, $\, {\rm r} \,$

Полученные результаты исследований запишите по следующей форме (таблица 5):

Таблица 5 – Показатели, характеризующие консистенцию объектов исследований

Объекты	Показатели				
исследований	белково-водный	белково-водно-жировой	ВУС, %		
	коэффициент (БВК)	коэффициент $((\overline{B+\phi})/B)$			

По результатам сводной таблицы провести анализ полученных данных и выявить влияние вида сырья, фаршевого продукта на показатели, характеризующие консистенцию объектов исследования.

5. Вопросы для самоконтроля

- 1. Что такое дисперсные системы?
- 2. Какие формы связи воды с материалом знаете?
- 3. Приведите классификацию структур пищевых продуктов по характеру связей между их элементами
- 4. Основные физико-механические свойства материалов.

- 5. Классификация реальных систем по реологическим свойствам
- 6. Типы дисперсных систем пищевых продуктов.
- 7. Классификация пищевых продуктов по реологическим свойствам и текстурным признакам.
- 8. Типы структур пищевых продуктов, их характеристика.
- 9. Особенности капиллярно-пористых, коллоидных и коллоидных капиллярно-пористых тел.
- 10. Отличительные признаки коагуляционных, конденсационных, кристаллизационных и конденсационно-кристаллизационных структур
- 11. Свойства жидкостей. Вязкость ньютоновских и неньютоновских жидкостей.
- 12. Свойства твердых тел. Упругость гуковских и негуковских тверлых тел.
- 13. Пластичность материалов.
- 14. Адгезия и трение, их роль в процессах пищевых производств.
- 15. Описание свойств тел с помощью реологических моделей.
- 16. Приведите классификацию структурно-механических свойств по виду приложения усилия или напряжения к продукту. Какими параметрами характеризуются структурно-механические свойства продуктов?
- 17. Классификация реальных систем по реологическим свойствам (характеру изменения вязкости). Приведите примеры.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Физико-химические методы исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов. Методы оценки качества молока и молочной продукции

1. Цель работы состоит в изучении методов оценки качества молока и молочных продуктов.

2. Задание:

- 2.1. Определить органолептические свойства молока
- 2.2. Определить содержание жира, белка и углеводов.
- 2.4. Установить качественные характеристики молока.
- 2.5. Изучить динамику изменения кислотности в молочных продуктах при их изготовлении

3. Теоретическая часть

Молоко по своим биологическим и питательным свойствам является одним из наиболее ценных продуктов питания для всех групп населения. Особое значение оно имеет в питании детей, лиц пожилого возраста, в диетическом питании.

Повседневное употребление молока и молочных продуктов улучшает соотношение аминокислот белков всего рациона, что положительно сказывается на синтезе тканевого белка в организме, способствует поступлению достаточного количества кальция и фосфора и установлению благоприятного соотношения между ними.

Химический состав молока непостоянен, колеблется в зависимости от породы животных, периода лактации, времени года, индивидуальных особенностей животных, состояния их здоровья, количества и качества кормов и пр.

Химический состав коровьего молока следующий: воды 88,6%, белков 2,8%, жиров 3,2%, углеводов 4,7%, золы 0,7%.

Энергетическая ценность $100\,$ г молока составляет в среднем около $272\,$ кДж ($65\,$ ккал). Все составные вещества молока хорошо усва-иваются организмом.

Молоко содержит в основном витамины A, D и некоторое количество витаминов группы B. Содержание витамина C незначительно.

Кисломолочные продукты обладают высокими пищевыми и вкусовыми свойствами, благотворно влияют на пищеварение и общее состояние организма. Они богаты витаминами группы B, которые вырабатываются молочнокислыми бактериями.

Кисломолочные продукты отличаются высокой усвояемостью, так как молочная кислота, продуцируемая молочнокислыми бактериями, способствует образованию в этих продуктах мелких, нежных хлопьев, легко поддающихся воздействию пищеварительных соков. Особенно велико значение кисломолочных продуктов в детском питании в связи с тем, что под влиянием молочной кислоты повышается усвоение кальция и фосфора. Кисломолочные продукты рекомендуются тем лицам, которые плохо переносят молоко.

Кисломолочные продукты имеют некоторые лечебные свойства: выявлена способность ацидофильных бактерий вырабатывать термостабильные антибиотические вещества (лактолин, лактомин), которые проявляют свое действие в кислой среде. Ацидофильная палочка устойчива к некоторым антибиотикам - левомицетину и синтомицину. Поэтому ацидофильные препараты используются для предупреждения осложнений при длительном лечении антибиотиками. Определенные штаммы молочнокислых бактерий проявляют устойчивость к антибиотикам широкого спектра действия.

В зависимости от способа приготовления различают следующие виды кисломолочных продуктов: а) на заквасках из чистых культур; б) на естественных заквасках; в) произвольного сквашивания ("самоквас").

На заквасках из чистых культур получают продукты молочнокислого брожения (простокваща, сметана, творог, сырковая масса), смещанного молочнокислого и спиртового брожения (кефир, ацидофилин), диетические и лечебные кисломолочные продукты (ацидофильные молоко и паста, ацидофильно-дрожжевое молоко и др.).

На естественных заквасках могут быть приготовлены кисломолочные продукты преимущественно молочнокислого брожения (простокваша) или смешанного брожения (кумыс, куранга).

Кисломолочные продукты произвольного сквашивания ("самоквас") в основном молочнокислого брожения - это простокваша, сметана, творог.

Кисломолочные продукты (простокваща, кефир, ацидофилин) готовят из пастеризованного молока. Содержание жира в них такое же, как в молоке, кислотность может колебаться от 75 до $130\,^{\circ}$ T.

Сметану получают из пастеризованных сливок путем заквашивания их специальной закваской на смешанных культурах молочно-кислых бактерий. Жира в сметане содержится 30-36 %, кислотность ее составляет 65-110 °T; сметана - богатый источник молочного жира.

Творог готовится из пастеризованного молока путем сквашивания его чистыми культурами молочнокислого стрептококка. Сгусток обрабатывается для удаления из него сыворотки. Творог может быть жирный (18 % жирности), полужирный (9 % жирности) и обезжиренный (из обрата). Кислотность жирного творога составляет 200-240 °T, обезжиренного - 220-270 °T. Творог является высокоценным продуктом, так как в нем содержится много белка (12-16%) и кальция (около 160 мг на 100 г продукта). В белке представлены все незаменимые аминокислоты, особенно много метионина. Кальций творога легко усваивается. Являясь концентратом молока, творог находит самое широкое употребление в питании населения благодаря приятному вкусу, легкой усвояемости, высокому содержанию полноценного белка, жира и кальция, а также возможности приготовления из него разнообразных блюд.

Сыры являются ценными молочными концентратами. Они содержат в большом количестве высокоценные белки (20-28%) и жиры (25-50%). Необходимо отметить также высокое содержание кальция (600-1000 мг на 100 г продукта) и фосфора (500-600 мг на 100 г продукта). Сыры являются хорошими источниками ретинола и рибофлавина. Энергетическая ценность 100 г твердых сыров колеблется от 1328 до 1633 кДж (330-390 ккал), плавленых - около 1130 кДж (270 ккал).

Санитарно-гигиенические требования к молоку

По органолептическим, физико-химическим и бактериологическим показателям молоко, предназначенное для непосредственного употребления в пищу, а также для выработки молочных продуктов, должно отвечать требованиям ГОСТ 32922-2014 Молоко коровье пастеризованное - сырье. Технические условия

Таблица 1 - Органолептические показатели молока

Показатель	Характеристика
Внешний	Однородная жидкость без осадка.
вид	
Консистен-	Для молока топленого и повышенной жирности - без от-
ция	стоя сливок
Вкус и запах	Чистые, без посторонних, не свойственных свежему мо-
	локу привкусов и запахов. Для топленого молока - хорошо
	выраженной привкус высокой пастеризации
Цвет	Белый, со слегка желтоватым оттенком; для топленого мо-
	лока - с кремовым оттенком, для нежирного - со слегка си-
	неватым

Таблица 2 - Физико-химические показатели молока

	Показатели				
Молоко	содер-	содержа-	кислот-	содержа-	тем-
	жание	ние обез-	ность в	ние вита-	пера-
	жира в	жиренного	граду-	мина С в	тура
	%, не	сухого	cax Tep-	мг на 100	в °C,
	менее	остатка в г,	нера, не	г про-	не
		не менее	более	дукта, не	выш
				менее	e
Цельное нормализо-	3,2	8,1	21	-	+8
ванное и восстанов-					
ленное					
Повышенной жир-	6,0	7,8	20	-	+8
ности					
Топленое	6,0	7,8	21	-	+8
Белковое	2,5	10,5	25	-	+8
Витаминизирован-					
ное:					
цельное	3,2	8,1	21	10	+8
нежирное	-	8,1	21	10	+8
Нежирное	-	8,1	21	-	+8

Примечание. Молоко для приготовления детских молочных смесей должно иметь кислотность не выше 19 °T.

Молоко не должно содержать посторонних механических примесей и консервирующих веществ. Не допускается к употреблению молоко, полученное от коров в течение 7 дней после отела (молозиво), и молоко, полученное в течение 15 дней, предшествовавших отелу (стародойное молоко).

Таблица 3 - Бактериологические показатели молока

ruomiga o Buntephonom		
Молоко	Общее количе-	Титр ки-
	ство бактерий в	шечной
	1 см ³ молока,	палочки,
	не более	cm ³
Пастеризованное в бутылках и паке-		
тах:		
группа А	75000	3
группа Б	150000	0,3
Пастеризованное во флягах и цистер-	300000	0,3
нах		

4. Методика лабораторного исследования молока

Для проведения исследования необходимо брать не менее 250 см³ молока. Для получения правильных и однородных данных исследуемое молоко необходимо тщательно перемешать.

Определение органолептических свойств молока. Внешний вид молока отмечается при рассмотрении его в прозрачном сосуде: отмечают однородность, наличие осадка, загрязнение и т.д.

Ц в е т. В цилиндр или стакан из бесцветного стекла наливают 50-60 см³ молока и при достаточном дневном или искусственном свете отмечают наличие того или иного оттенка.

Цельное молоко имеет белый цвет с малозаметным желтоватым оттенком. Разбавленное и снятое молоко приобретает синеватый оттенок.

Красноватый цвет молока указывает на примесь крови (болезнь вымени) или обусловливается кормом (морковь, свекла и др.), лекарственными веществами (ревень и др.), наличием в молоке пигментообразующих бактерий. Карамелизация углеводов придает молоку пвет топленого молока.

Консистенция. Налитое в стеклянный сосуд молоко слегка

взбалтывают. Консистенцию отмечают по следу, оставленному молоком на стенках сосуда. Молоко жидкой консистенции быстро стекает со стенок, не оставляя следа. Цельное молоко на стенах сосуда оставляет белый след. При слизистой и тягучей консистенции (молозиво, попадание в продукт слизистых бактерий) молоко имеет значительную вязкость, тянется по стенкам сосуда.

З а п а х. Молоко наливают в закрытую чистой пробкой коническую колбу и слегка подогревают на водяной бане. Свежее молоко имеет слегка заметный специфический запах. При скисании молока появляется кислый запах; развитие в молоке гнилостных бактерий обусловливает запах аммиака, сероводорода. Может ощущаться запах тех или иных лекарственных веществ. Неправильное хранение молока совместно с сильно пахнущими веществами (мыло, керосин, бензин, нафталин и т.п.) придает ему запах последних.

В к у с. Доброкачественное молоко имеет приятный, слегка сладковатый вкус. Горький, солоноватый, прогорклый, мыльный,

рыбный и другие привкусы могут обусловливаться плохим кормом, болезнью животного, лактационным периодом (молозиво, стародойное молоко), сильной загрязненностью молока, примесями и т.д. Кислый и затхлый вкус и запах появляются в результате развития в молоке кисломолочной и гнилостной микрофлоры.

Определение натуральности и цельности молока. Характеристику натуральности и цельности молока дают по трем показателям: плотности, жирности и сухому остатку.

О пределение плотности. Нормальная плотность молока равна 1,028-1,034. Прибавление к молоку воды вызывает уменьшение плотности, а снятие сливок повышает ее, так как при этом удаляется наиболее легкая часть молока - жир.

Плотность молока определяют специальным молочным ареометром-лактоденсиметром (рис.1). Шкала молочных ареометров имеет градуировку в величине плотности (например, 1,015-1,036) или в градусах лактоденсиметра,

которые обозначают две последние цифры плотности молока (например, цифра 15 означает плотность 1,015).

Плотность молока зависит от его температуры. Для учета этого фактора в лактоденсиметре имеется термометр, показывающий при измерении температуру молока. Принято определять плотность при $20~{\rm ^{\circ}C}$.

М е т о д и к а. Тщательно перемешанное молоко осторожно наливают до 3/4 объема в стеклянный сосуд емкостью 200-250 см³ и диаметром не менее 5 см, избегая образования пены. Затем чистый и сухой лактоденсиметр осторожно погружают в молоко до 30-го деления, не касаясь стенок цилиндра, после чего перестают удерживать его пальцами.

Перед отсчетом цилиндр с молоком устанавливают на ровной поверхности в таком положении к источнику света, который делает хорошо видимой шкалу плотности и шкалу термометра. Отсчет производят спустя 5 мин после погружения лактоденсиметра в молоко.

Рис. 1. Лактоденсиметр.

Если температура молока выше $20\,^{\circ}\mathrm{C}$, то к показаниям лактоденсиметра на каждый градус следует прибавить по 0,2 (соответствует плотности 0,0002), а если температура ниже $20\,^{\circ}\mathrm{C}$, то на каждый градус надо отнять по 0,2 от показаний лактоденсиметра.

Пример. Показания шкалы лактоденсиметра 26, показания термометра 25°С. Чтобы привести плотность к 20 °С, вводим указанную выше поправку (0,2) на температурную разницу (25-20) 0,2=1,0 и полученное число прибавляем к показаниям лактоденсиметра: 26+1=27. Следовательно, плотность молока равна 1,027.

Определение жира.

Жир в молоке определяется по способу Гербера, основанному на сжигании в крепкой серной кислоте (плотность 1,82) всех составных частей молока, кроме жира. Жировые шарики с помощью изоамилового спирта собираются в виде общей массы жира. Объем жира после центрифугирования измеряется по шкале, нанесенной на узкой части бутирометра (рис.2).



Во время смешивания молока и серной кислоты происходит сильное нагревание и выделение газов, которые при неправильном и неполном ввинчивании резиновой пробки в бутирометр могут ее вытолкнуть, а вместе с ней и кислотную смесь. Поэтому при работе следует соблюдать максимальную осторожность. При случайном попадании капель серной кислоты необходимо моментально обмыть это место большим количеством водопроводной воды или нейтрализовать 0,1 н. раствором щелочи.

Рис.2. Бутирометр.

Методика. В бутирометр, держа его завернутым в тряпочку, наливают пипеткой (или с помощью автоматов-клювов) 10 см³ серной кислоты. Затем наливают специальной пипеткой 10,77 см³ молока, а третьей пипеткой добавляют 1 мл изоамилового спирта. Горлышко бутирометра хорошо вытирают (иначе пробка не будет плотно держаться), затем бутирометр плотно закрывают каучуковой пробкой, осторожно ввинчивая ее. При этом бутирометр нужно держать за

широкую часть во избежание его перелома в узкой части. Содержимое бутирометра осторожно перемешивают до полного растворения белковых веществ. В том случае, если верхний уровень жидкости находится ниже градуированной части бутирометра и ввинчиванием пробки ее не удается поднять до необходимого уровня, дополнительно следует добавить изоамиловый спирт. После этого бутирометр помещают в водяную баню (узким концом кверху) с температурой 65 °C на 5 мин, а затем центрифугируют в течение 5 мин в специальной молочной центрифуге с крышкой. Бутирометры в центрифугу помещают узким концом к центру, располагая их симметрично так, чтобы один бутирометр находился против другого. В случае нечетного числа бутирометров в центрифугу помещают бутирометр с водой. По окончании центрифугирования бутирометры снова ставят уз-

ким концом вверх в водяную баню с температурой 65 $^{\rm o}$ C на 5 мин, затем по шкале отсчитывают процент жира в молоке. При неполной прозрачности жира бутирометр повторно помещают в водяную баню на 5 мин и подвергают центрифугированию.

При определении жира бутирометр держат левой рукой вертикально против света, правой рукой подкручивают резиновую пробку до тех пор, пока нижний край столбика жира не достигнет уровня нижней границы шкалы (или уровня длинной черты в середине шкалы). Установив нижнюю границу жира, наблюдают, чтобы она не перемещалась. Каждое большое деление шкалы бутирометра соответствует 1 % жира, каждое маленькое - 0,1 %.

Определение сухого остатка. Сухое вещество в молоке определяют по формуле:

где X - процент сухого вещества в молоке; \mathcal{K} - процент жира; A - плотность молока в градусах лактоденсиметра при температуре 20 °C; 4.8 и 0.5 - эмпирические коэффициенты.

Количество обезжиренного вещеста устанавливают путем вычитания из процента сухого вещества процента жира.

Определение свежести молока. При анализе свежести молока производят определение его кислотности и ставят пробу на свертываемость при кипячении и пробу на редуктазу.

О пределяют способом титрования: 10 см³ молока разбавляют 20 мл воды, добавляют 3-4 капли 1 % фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором едкого натра или едкого кали до слабо-розового окрашивания. Количество миллилитров раствора едкого натра, пошедшего на титрование, умножают на 10 и получают кислотность в градусах Тернера. Градусом кислотности Тернера называется количество миллилитров 0,1 н. раствора едкого натра или едкого кали, израсходованное на нейтрализацию кислот в 100 см³ молока.

Проба на свертываемость при кипячении. Свертывание молока при кипячении может произойти в результате повышения кислотности, содержания в молоке большого количества

пептонизирующих бактерий или присутствия в нем посторонних примесей. Если кислотность молока составляет 18-22 °T, то оно при кипячении не свертывается. Однако уже при кислотности, равной 26-28 °T, оно может свернуться в процессе кипячения. Свертывание молока, имеющего кислотность 30 °T, наступает при нагревании до 77 °C, молока с кислотностью 40 °T - до 65 °C, с кислотностью 50 °T - до 40 °C. Самопроизвольно при комнатной температуре сворачивается молоко с кислотностью 60° T.

В небольшую колбочку наливают 5 см 3 молока и кипятят 1 мин; после охлаждения проверяют, не произошло ли выпадения хлопьев казеина.

Проба на редуктазу. Реакция основана на том, что в молоке всегда содержатся в значительном количестве микробы, выделяющие фермент редуктазу, обесцвечивающий некоторые красящие вещества и в том числе раствор метиленового синего. Чем больше в молоке микроорганизмов, тем быстрее происходит обесцвечивание этого раствора (табл. 4).

Таблица 4 - **Характеристика молока в зависимости от вре**мени обесцвечивания раствора метиленового синего

мени обещье инвания раствора метиленового синего					
Продолжительность	Количество бактерий	Оценка качества	Клас		
обесцвечивания	в 1 см ³ молока		c		
5,5 ч и более	Менее 500000	Хорошее	I		
От 2 до 5,5 ч	От 500000 до	Удовлетвори-	II		
	4000000	тельное			
От 20 мин до 2 ч	От 4000000 до	Плохое	III		
	20000000				
20 мин и менее	20000000 и выше	Очень плохое	IV		

В стерильную пробирку наливают 10 см³ молока, 2-3 капли 1 % раствора метиленового синего и после перемешивания помещают в термостат при температуре 37-40 °C, предварительно налив поверх молока небольшой слой вазелинового масла для защиты от кислорода воздуха. При обильном загрязнении молока микробами обесцвечивание наступает очень быстро: от нескольких минут до 1 ч. Если обесцвечивание раствора не наступает в течение 5 - 7 ч, молоко считается незначительно обсемененным.

Проба на редуктазу является ориентировочной и ни в коем случае не заменяет бактериологического анализа.

Определение содержания посторонних примесей в молоке. Посторонние примеси добавляют в молоко с целью его фальсификации. Чаще всего прибавляют гидрокарбонат натрия (питьевая сода) и крахмал.

Реакция на примесь гидрокарбоната натрия. Гидрокарбонат натрия может добавляться к молоку для того, чтобы задержать его скисание, причем чаще к молоку с уже повышенной кислотностью. Санитарным законодательством добавление гидрокарбоната натрия к молоку не допускается.

В пробирку наливают 5 см 3 молока и 4-5 капель 0,2 % раствора розоловой кислоты в 96 % спирте. Молоко, содержащее гидрокарбонат натрия, окрашивается в малиново-красный цвет, не содержащее желто-розовый.

Для получения правильного результата необходимо параллельно ставить контроль с молоком, заведомо фальсифицированным гидрокарбонатом натрия.

Реакция на примесь крахмала. Прибавление к молоку муки или крахмала с целью создания видимости густоты после разбавления молока водой, может быть легко обнаружено реакцией с йолом.

В колбу вместимостью 100 см³ наливают 10 см³ молока и доводят до кипения. После охлаждения добавляют 1 см³ раствора Люголя и перемешивают. Появление синей окраски после взбалтывания указывает на присутствие в молоке крахмала.

Заключение о доброкачественности молока выносится в соответствии с данными органолептического и физико-химического исследований.

5. Вопросы для самоконтроля

- 1. Охарактеризуйте средний химический состав молока?
- 2. Дайте характеристику методам определения химического состав молока.
- 3. Как определить содержание сухого остатка?
- 4. Что такое проба на свертываемость при кипячении, проба на редуктазу, на примесь крахмала?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

Физико-химические методы исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов. Определение сорбиновой кислоты, бензойнокислого натрия, нитрата натрия

1. Теоретическая часть

Консерванты – это пищевые добавки, которые увеличивают срок годности пищевых продуктов и защищают их от микробиологической порчи. Консерванты могут оказывать бактерицидное действие, бактериостатическое, а также влиять на плесневые грибы и дрожжи. Не разрешается применение консервантов для маскировки дефектов пищевых продуктов и при нарушениях санитарного режима производства.

Эффективность действия консервантов зависит от вида пищевого продукта, химической природы консерванта, его концентрации, рН среды, качественного и количественного состава микрофлоры продукта. Спектр антимикробного действия у консервантов различен: нитраты и нитриты эффективны по отношению к бактериям, сульфиты по отношению к дрожжам, сорбиновая кислота и бензойная угнетают действие бактерий и плесеней, пропионовая кислота и дефинил действуют на дрожжи и плесневые грибы.

Широкое распространение получили такие консерванты, как бензойная кислота и ее соли (бензойнокислый натрий), нитрат натрия, сорбиновая кислота.

Нитрат натрия представляет собой белый гигроскопический порошок. Как антимикробное средство нитраты действуют, в основном, в виде нитритов, образующихся из них в пищевом продукте. Нитрат натрия используют как консервант, фиксатор окраски. Консервирующее действие бензойной кислоты основано на ингибировании каталазы и пероксидазы.

Сорбиновая кислота представляет собой белые, слабопахнущие, кисловатые на вкус моноклинные кристаллы. Антимикробное действие сорбиновой кислоты многосторонне. Она угнетает в клетках микроорганизмов различные ферменты. Из них особенно важны ферменты углеводного обмена — енолаза и лактатдегидрогеназа. Сорбиновая кислота сравнительно глубоко, хотя и не очень специфично, вме-

шивается в цикл лимонной кислоты и подавляет действие таких ферментов, как малатдегидрогеназа, фумараза, аспартаза и др. Сорбиновая кислота, имея двойные связи, инактивирует ферменты, ковалентно связывая сульфидгидрильные группы. В связи с известным действием сорбиновой кислоты на каталазоположительные микроорганизмы представляется возможным ее влияние на каталазу и пероксидазу.

Применение в пищевой промышленности находит как сама бензойная кислота, так и ее натриевая соль (бензоат натрия), лучше растворимая в воде. Антимикробное действие бензойной кислоты связывают с ее влиянием на ферментную систему микроорганизмов. Наряду с инактивацией ферментов бензойная кислота действует и на клеточные мембраны. Она снижает рН внутри клетки, что также ведет к замедлению развития и гибели микроорганизма. Действие бензойной кислоты направлено главным образом против дрожжей и плесневых грибов, включая афлатоксинобразующие. Из-за плохой растворимости в воде бензойная кислота применяется главным образом в виде бензоата натрия.

2. Цель работы: освоить методы и определить содержание сорбиновой кислоты, нитрата натрия и бензойнокислого натрия в пищевых продуктах.

3. Задание:

- **3.1** Определить содержание сорбиновой кислоты в пищевых продуктах.
- **3.2** Определить содержание бензойнокислого натрия в пищевых продуктах.
- 3.3 Определить содержание нитрата натрия.

4. Порядок выполнения работы

4.1 Определение сорбиновой кислоты колориметрическим методом

Сущность метода

Метод основан на способности малонового альдегида, в который окисляется сорбиновая кислота в кислой среде, образовывать окрашенный комплекс с тиобарбитуровой кислотой.

Приготовление реактивов

Раствор тиобарбитуровой кислоты

0,2880 г тиобарбитуровой кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 90 %-ной уксусной кислотой (p=1066 кг/м³). Колбу заполняют на 2/3 объема, содержимое слегка нагревают на водяной бане и взбалтывают. После растворения тиобарбитуровой кислоты объем жидкости в колбе доливают до метки уксусной кислотой и перемешивают. Приготовленный раствор тиобарбитуровой кислоты годен в течение одних суток.

Стандартный раствор сорбиновой кислоты

Навеску 0,1 г свежевозогнанной или свежеперекристаллизованного из спирта сорбиновой кислоты, взвешенную с абсолютной погрешностью не более 0,0001 г, количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, заполняют ее на 3/4 объема и энергично перемешивают. После полного растворения сорбиновой кислоты колбу доливают водой до метки и перемешивают содержимое.

 $1\ {\rm cm}^3$ основного стандартного раствора содержит $0,1\ {\rm mr}$ сорбиновой кислоты.

Приготовление вытяжки из исследуемого образца. В высокий стакан вместимостью $150~{\rm cm}^3$ отвешивают с абсолютной погрешностью не более $0,001~{\rm r},1~{\rm r}$ тщательно измельченной пробы и растирают ее стеклянной палочкой с резиновым наконечником, постепенно приливая небольшими порциями $25~{\rm cm}^3$ дистиллированной воды. Полученную смесь выдерживают $25~{\rm mu}$ н при периодическом перемешивании.

В стакан добавляют 10 см³ водного раствора трихлоруксусной кислоты 200 г/дм³ и осторожно, во избежание вспенивания, нагревают содержимое до кипения при непрерывном помешивании. После 10 мин спокойного кипения горячую смесь фильтруют через смоченный водой бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см³. При фильтровании применяют воронку с обогревом или поддерживают температуру фильтруемой смеси, помещая стакан в горячую водяную баню. Стакан и осадок на фильтре промывают 6—7 раз кипящей дистиллированной водой, собирая промывные воды в ту же мерную колбу.

Фильтрат проверяют на полноту осаждения белков, добавляя несколько капель $200~\rm r/дm^3$ трихлоруксусной кислоты. При помутнении раствора проводят повторное осаждение белков трихлоруксусной кислотой и горячее фильтрование.

Жидкость должна занимать не более 1/2 объема колбы.

Проведение анализа

В колбу с фильтратом приливают $10~{\rm cm}^3$ раствора двухромовокислого калия $0,02~{\rm моль/дm}^3$ и $15~{\rm cm}^3$ раствора тиобарбитуровой кислоты $0,02~{\rm моль/дm}^3$

После тщательного перемешивания колбу помещают в кипящую водяную баню и выдерживают 30 мин. Уровень воды в бане должен быть выше уровня жидкости в колбах. По истечении указанного времени колбу охлаждают на воздухе или в проточной воде, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, жидкость перемешивают. Одновременно проводят контрольный анализ, используя все реактивы без вытяжки из исследуемой пробы.

Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют спектрофотометром или фотоэлектроколориметром при длине волны 532 нм в кюветах с рабочей длиной 10 мм по отношению к контрольному раствору. Содержание сорбиновой кислоты, соответствующее определенной оптической плотности, рассчитывают по градуировочному графику.

Окраска раствора устойчива и сохраняется в течение нескольких часов.

Построение градуированного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ последовательно вносят из бюретки основной стандартный раствор сорбиновой кислоты в количествах, указанных в табл. 1.

Таблица 1 – Концентрации сорбиновой кислоты

Twomique Teenquity again to permission interests				
Номер колбы	Количество основного	Количество сорбино-		
	стандартного раствора,см ³	вой кислоты, мг		
1	5	0,5		
2	10	1,0		
3	15	1,5		
4	20	2,0		

5	25	2,5
Контрольный		
анализ	0	0

В каждую колбу приливают по 10 см^3 раствора трихлоруксусной кислоты 200 г/дм^3 , разбавляют содержимое дистиллированной водой до 1/2 объема колбы и проводят все дальнейшие операции.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют спектрофотометром или фотоэлектраколориметром при длине волны 532 нм.

Подготовку серии растворов для построения градуировочного графика проводят три раза, начиная каждый раз с приготовления основного раствора сорбиновой кислоты. Для каждого раствора одинаковой концентрации берут среднее значение оптической плотности трех измерений.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс количество сорбиновой кислоты, на оси ординат — соответствующие оптические плотности.

Обработка результатов

Массовую долю сорбиновой кислоты в продукте (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \begin{array}{c} m_1 100 \\ X = & m_1 100 \end{array}$$

$$(1)$$

где т— масса пробы, взятая для приготовления вытяжки, г;

 m_1 — содержание сорбиновой кислоты, найденное по градуировочному графику, мг;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02%. Вычисление проводят до второго десятичного знака.

4.2 Определение бензойнокислого натрия

Сущность метода. Осаждают из водной вытяжки исследуемой пробы белковые вещества растворами сернокислого цинка и желези-

стосинеродистого калия, экстрагируют бензойную кислоту хлороформом и титруют ее 0,05 н щелочью.

В мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 100 г пробы при помощи дистиллированной воды. Затем прибавляют 10%-ный раствор едкого натра до щелочной реакции по лакмусу, прибавляют 10 см³ 10%-ного раствора железистосинеродистого калия, затем прибавляют 12 см³ 30%-ного раствора сернокислого цинка. После прибавления каждого из этих реактивов колбу с содержимым энергично встряхивают. После этого колбу заполняют до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 5 мин. фильтруют.

 $100\,$ мл фильтрата переносят количественно в делительную воронку, нейтрализуют 10% соляной кислотой до нейтральной реакции по лакмусу и затем добавляют еще $5\,$ см 3 этой кислоты.

Жидкость экстрагируют хлороформом 4 раза через 15-20 мин, приливая 35, 25, 20 и 15 см³ хлороформа. Взбалтывание производят при вращательном движении. Хлороформенный слой легко отделяется после непродолжительного отстаивания.

При сливании хлороформенного слоя не следует захватывать водный слой. При соблюдении этого не требуется промывки хлороформенной вытяжки, в противном случае хлороформенный слой промывают дистиллированной водой 2 раза по 5 см³.

Хлороформенный слой переносят в широкий стакан или фарфоровую чашку. Хлороформ упаривают досуха на водяной бане, а остаток бензойной кислоты растворяют в 30 см³ 95%-ного нейтрального по фенолфталеину спирта, прибавляют 8 см³ воды, 2 капли фенолфталеина и титруют 0,05 н едким натрием до устойчивого розового окрашивания.

 $1~{\rm cm}^3~0,05~{\rm H}$ едкой щелочи соответствует $0,0071~{\rm f}$ бензойнокислого натрия.

Вычисляют содержание бензойнокислого натрия по формуле:

$$X = \frac{V K 0,0071 V_1 1000}{mV_2}$$
 (2)

где X – содержание бензойнокислого натрия, мг/1 кг;

V - количество 0,05 н раствора едкого натра, пошедшее на титрование, в cm^3 ;

К - поправочный коэффициент 0,05 н раствора едкого натра.

 V_1 - объем вытяжки, в см³;

 V_2 - объем фильтрата, взятый на извлечение бензойной кислоты, в см 3 :

т - масса продукта, в г.

4.3 Определение нитрита в мясных продуктах

Сущность метода. Метод основан на реакции нитрита K-(1-нафтил) - этилендиамин дигидрохлоридом и сульфаниламидом в обезбелоченном фильтрате и последующем фотоколориметрическом определении интенсивности окраски.

Пробы колбасных изделий отбирают по ГОСТ 9792-73.

С колбасных изделий снимают оболочку, затем пробу дважды измельчают на мясорубке с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм. Полученный фарш тщательно перемешивают, помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью от 200 до 400 см³.

Подготовка к анализу

Растворы для осаждения белков:

Реактив Карреза 1: 26,5 г железистосинеродистого калия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 250 см³.

Реактив Карреза 2: 55 г уксуснокислого цинка и 7,5 см³ ледяной уксусной кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 250 см³.

Насыщенный раствор буры: 25 г тетраборнокислого натрия растворяют в $500~{\rm cm}^3$ теплой дистиллированной воды и охлаждают до $(20\pm2)^{\circ}{\rm C}$.

Растворы для проведения цветной реакции:

Реактив Грисса (раствор 1 + раствор 2)

Раствор 1: 2 г амида сульфаниловой кислоты растворяют в 400 см 3 раствора соляной кислоты (1:1) и доводят этим раствором кислоты до объема 1000см 3

Раствор 2: 0.25 г 1Ч-(1-нафтил) этилендиамин дигидрохлорида растворяют в воде и добавляют до 250 см³.

Стандартные растворы азотистокислого натрия

Для приготовления основного раствора азотистокислого натрия

отвешивают навеску реактива, содержащую точно 0.5 г азотистокислого натрия, растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью $250~{\rm cm}^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Для приготовления рабочего раствора $12,5~{\rm cm}^3$ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью $500~{\rm cm}^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Из полученного рабочего раствора готовят серию стандартных растворов: 1; 2,5 и $5~{\rm cm}^3$ рабочего раствора пипеткой вносят в три мерные колбы вместимостью $50~{\rm cm}^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Полученные стандартные растворы содержат в 1cm^3 соответственно 1,0; 2,5 и 5,0 мкг азотистокислого натрия.

Стандартные растворы азотистокислого натрия не стойки, поэтому их готовят непосредственно перед построением градуировочного графика.

Построение градуировочного графика

В четыре мерные колбы $50~{\rm cm}^3$ пипеткой вносят: в первую колбу для приготовления раствора сравнения $5~{\rm cm}^3$ воды, а в остальные по $5~{\rm cm}^3$ стандартных растворов, содержащих $1,0;\ 2,5~{\rm u}\ 5,0~{\rm mkr}$ азотистокислого натрия в $1~{\rm cm}^3$ раствора.

В каждую колбу добавляют по 25 см³ воды; 5 см³ раствора Грисса для проведения цветной реакции, перемешивают и выдерживают в темном месте при $(20\pm2)^{\circ}$ С 3 мин.

Растворы в колбах доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют интенсивность красной окраски на спектрофотометре при длине волны 538 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см в отношении раствора сравнения.

По полученным средним данным из трех стандартных растворов строят градировочный график.

На оси абсцисс откладывают концентрацию азотистокислого натрия (в мкг в $1~{\rm cm}^3$ окрашенного раствора); на оси ординат - соответствующую оптическую плотность.

Градировочный график должен проходить через начало координат.

Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают 10 г подготовленной к анализу пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, добавляют последовательно 5 см^3 насыщенного раствора буры и 100 см^3 воды температурой $(75\pm2)^{\circ}\text{C}$.

Колбу с содержимым нагревают на кипящей водянкой бане 15 мин, периодически встряхивая, затем охлаждают до $(20\pm2)^{\circ}$ С и, тщательно перемешивая, последовательно добавляют по 2 см³ реактива Карреза 1 и реактива Карреза 2, доводят до метки и выдерживают 30 мин при $(20\pm2)^{\circ}$ С. Затем содержимое колбы фильтруют через складчатый фильтр.

Полученный обезбелоченный фильтрат вносят в количестве не более $20~{\rm cm}^3$ пипеткой в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$ и проводят цветную реакцию и фотометрирование, используя вместо стандартных растворов вышеуказанное количество обезбелоченного фильтрата.

Параллельно проводят контрольный опыт на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 200 см³ вместо 10 г пробы 10 см³ воды.

Если полученная оптическая плотность превышает максимальную оптическую плотность на градировочном графике, то цветную реакцию проводят с меньшим количеством фильтрата.

Обработка результатов

Массовую долю нитрита (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{M_1 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{\text{m} \cdot \text{V} \cdot 10^6}$$
 (3)

где M_1 - массовая концентрация нитрита натрия, найденная по градуированному графику, мкг/см³;

m - навеска продукта, г (10 г);

V - количество фильтрата взятое для фотоколориметрического измерения, см 3 (5 см 3).

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результат двух параллельных определений и вычисляют с точностью до 0,0001%.

Например, оптическая плотность пробы равна 0,095

По графику - прямой, которая описывается уравнением y=0.3327x+0.0091 определяем x - массовую концентрацию нитрита натрия, мкг/см³ (x=0.25 мкг/см³). Отсюда массовая доля нитрита в пробе:

$$X_1 = \frac{0,26 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot 5 \cdot 10^6} = 0,0104\%$$

По полученным данным сделать заключение о проделанной работе.

5. Вопросы для самопроверки

- 1. В чем заключается практическое значение консервантов?
- 2. Какие гигиенические требования предъявляются к консервантам?
- 3. В каких случаях не допускается применение консервантов?
- 4. Как классифицируются консерванты?
- 5. По каким показателям проводится оценка качества бензойнокислого натрия?
- 6. Сущность методы определения бензойной кислоты в пищевых продуктах?
- 7. Сущность метода определения бензойнокислого натрия в пищевыв продуктах?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

Использование инструментальных методов для оценки консистенции. Реологические методы исследования. Определение сдвиговых реологических характеристик структурированных жидкостей – плотности.

1. Теоретическая часть

К структурированным жидкостям относятся практически ньютоновские жидкости, например молоко, мясной и рыбный бульоны, расплавленные жиры и др., у которых предельное напряжение сдвига (ПНС) практически равно нулю, а также переходные структурированные жидкости, например сливки с содержанием жира до 50 %, у которых имеется незначительное предельное напряжение сдвига (до 10 Па), определяемое с учетом выталкивающей силы Архимеда, т.е. его практически можно принять равным нулю.

Плотность является важной не только качественной характеристикой пищевых систем, но и необходимой величиной для расчета ряда машин, аппаратов и технологических процессов. Для вязко-пластичных систем плотность зависит не только от химического состава исследуемого продукта, но и от давления, действующего на него. Наиболее распространенной в природе жидкостью является вода. Иногда в инженерной практике используется величина, называемая относительной плотностью жидкости, которая равна отношению плотности истиной жидкости и воды при нормальных условиях (температура 4°C, атмосферное давление 760 мм.рт.ст.). при этих условиях плотность воды равна 1000 кг/м³.

$$\rho_{omh} = \rho_{xc}/\rho_{\theta} \tag{1}$$

Плотность ряда белковых систем (мясного бульона, крови, молока и т.д.) в зависимости от концентрации описывается империческим уравнением:

$$\rho_c = \rho_o + ac$$
 (2)

где ρ_c – плотность при данной температуре t_c и концентрации c, в кг сухих веществ на 1 кг продукта, кг/м³; ρ_o – плотность при концентрации, равной нулю, и той же температуре, кг/м³; а - эмпирический коэффициент, кг/м³, варьирующий от 300 (для мясных бульонов с концентрацией 0 - 0,2 кг/кг) до 350 (для молока с концентрацией от 0,25

до 0,70 кг/кг).

Основными приборами для измерения плотности жидкообразных структурированных продуктов являются сообщающиеся сосуды (а), ареометры (б) и пикнометры (в) (рис. 1 а,б,в).

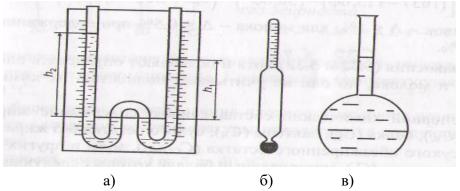


Рис. 1. Приборы для определения плотности

Один из доступных способов определения плотности — **способ сообщающихся сосудов** (рис. 1 а), основанный на том, что высота столбов жидкости в ветвях трубки при равенстве давлений над свободными поверхностями) обратно пропорциональны их плотности. Зная плотность одной жидкости, можно определить плотность другой. Для определения плотности в одно из колен наливают исследуемую жидкость, в другое — жидкость с известной плотностью в таких количествах, чтобы уровни в средних коленах находились в одной горизонтальной плоскости, на нулевом делении шкалы прибора.

$$\rho_1 = \rho_2 \left(h_2 / h_1 \right) \tag{3}$$

где ρ_I — неизвестная плотность, кг/м³; ρ_2 — известная плотность, кг/м³; h_I — высота столба исследуемой жидкости, м; h_2 — высота столба жидкости с известной плотностью, м.

Ареометр (рис. 1 б), принцип действия которого основан на законе Архимеда, представляет собой удлиненный пустотелый стеклянный цилиндр, состоящий из широкой нижней и узкой верхней частей. Ареометр погружают в сосуд с испытуемой жидкостью, и он плавает

в ней, сохраняя вертикальное положение благодаря грузу, помещенному в нижней его части. Деление на ареометрической шкале, до которого погружается ареометр, указывает значение плотности жидкости. Для эксперимента исследуемую жидкость выдерживают при температуре выше точки плавления, но ниже той, которая может вызвать биохимические изменения. Это делают для удаления воздушных пузырьков и крупных частиц, которые могут прилипнутьк ареометру и изменить его показания. Измерения проводят в мерном цилиндре, который стоит в воде с требуемой температурой, которая поддерживается постоянной с помощью ультратермостата. Продолжительность выдерживания должна быть достаточной для установления постоянной и одинаковой по всему объему температуры. Затем в жидкость опускают вымытый и вытертый насухо ареометр и отсчитывают показания.

Пикнометр (рис. 1 в) представляет собой стеклянную колбу с узким и длинным горлом, где имеется отметка, указывающая объем жидкости. Пикнометры выпускают на 20; 50; 100 см³ и т.д. Пикнометр заранее тарируют на дистиллированной воде, для его взвешивания пользуются аналитическими весами. Пикнометр выдерживают в воде при температуре измерения 15-20 мин, излишек жидкости над отметкой отбирают пипеткой. При измерениях плотности пикнометром требуется малое количество жидкости, их можно проводить параллельно с вискозиметрическими. Вычисляют плотность по формуле:

где m- масса пикнометра с исследуемой жидкостью при данной температуре; m_0- масса сухого пикнометра; m_B- масса пикнометра с водой; ρ_B- плотность воды при данной температуре.

2. Цель работы: освоить методы определения сдвиговых характеристик структурированных жидкостей и установить взаимосвязь

между концентрацией сухих веществ в структурированной жидкости и ее плотностью.

3. Задание:

- 3.1. Установить содержание сухих веществ в структурированной жидкости (по заданию преподавателя) при различных температурах;
- 3.2. Определить плотность заданной структурированной жидкости ареометрическим методом при различных температурах;
 - 3.3. Сделать заключение о проделанной работе.

4. Порядок выполнения работы:

4.1 Рефрактометрический метод определения содержания сухих вешеств

Количество сухих веществ в оптически прозрачных растворах достаточно быстро и точно можно определить рефрактометрическим методом. Приборы, служащие для измерения величины показателя преломления различных веществ, называются рефрактометрами. Определение при помощи рефрактометра основано на измерении показателя преломления исследуемого раствора, с учетом того, что угол преломления поляризованного луча света меняется от концентрации раствора данного состава.

Показатель преломления однородного вещества является его физической константой, точно так же, как константами являются удельный вес, точка плавления и точка кипения. Следовательно, определив показатель преломления исследуемого вещества, можно судить о степени его однородности и чистоты.

Кроме того, величина показателя преломления находится в определенной зависимости от плотности вещества. Известно много формул, связывающих показатель преломления с изменением плотности вещества.

Луч света, проходя из одной среды в другую, если коэффициенты преломления их различны, отклоняется от своего прямого пути на больший или меньший угол, в зависимости от свойства вещества, через которое он проходит (рис. 2).

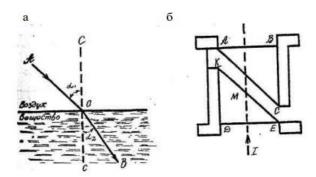


Рис.2. Прохождение луча света из одной среды в другую а – схема преломления луча; б - схема преломляющего устройства, состоящего из кварцевых призм

Это отклонение луча измеряется углом преломления (рис. 2 а). Он определяется направлением отраженного луча ОВ и перпендикуляром ОС, восстановленным в месте прохождения луча к плоскости, разделяющей среды. Отношение синусов угла падения (АОС) и угла преломления (СОВ) — величина постоянная для каждого вещества и называется показателем, или коэффициентом преломления. Две прямоугольные кварцевые призмы АВС и DEK (рис. 2 б) помещены в металлические оправы, так что между сторонами АС и КЕ остается узкое плоскопараллельное пространство (0,15 мм), которое заполняется испытуемой жидкостью или жиром.

Кварцевые призмы расположены таким образом, что луч света (I), попадая в нижнюю призму через грань DE и проходя через нее, полностью отражается по линии M от воздушного слоя, и глаз, помещенный над верхней призмой, не увидит света.

Если же пространство между призмами наполнить испытуемым веществом, то благодаря преломлению, создаваемому этим веществом, часть лучей попадает в верхнюю призму, и глаз, остающийся в прежнем положении по линии 0, начиная с определенной границы, увидит часть поля зрения освещенным, а часть — затемненным. Положение этой границы позволяет судить о величине показателя преломления исследуемого вещества. Эта величина фиксируется по шкале рефрактометра. Рефрактометры, имеющие две шкалы, из которых одна

указывает показатели преломления, а вторая определяет содержание растворенного вещества, могут быть использованы для определения концентрации только того раствора, по которому производилась градуировка шкалы. Для определения концентрации других растворов требуются соответствующие эмпирические таблицы.

Общее количество сухих веществ, содержащихся в пищевых продуктах, обусловленное как растворенными веществами, так и взвешенными твердыми частицами, нельзя определять рефрактометром, так как количество взвешенных твердых частиц на его показаниях не отражается, поэтому применение рефрактометра для определения сухих веществ различных пюре, паст, повидла и других подобных продуктов носит условный характер (погрешность до 2 %).

- 4.2 Приборы и материалы, необходимые для выполнения работы:
 - 1. Рефрактометр 1.
 - 2. Термостат 1.
 - 3. Термометр 1.
 - 4. Пипетки 8.
 - 5. Набор растворов различной концентрации.
 - 6. Фильтровальная бумага.
 - 7. Дистиллированная вода.
 - 8. Ареометр.
 - 4.3 Порядок выполнения работы

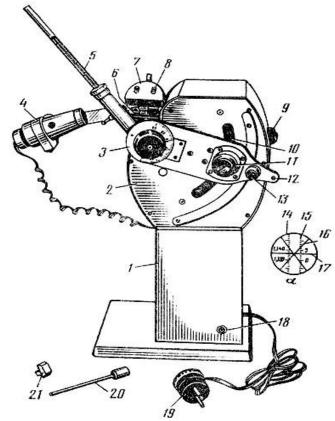


Рис. 3. Рефрактометр УРЛ

а - вид через окуляр; 1 - основание; 2 - корпус; 3 - шкала и винт компенсатора; 4 - осветитель; 5 - термометр; 6 - нижняя камера; 7 - верхняя камера; 8 - штуцер; 9 - пробка, закрывающая регулировочный винт; 10 - шкала показателя преломления и процента сухих веществ; 11 - окуляр; 12 - рукоятка; 13 - механизм настройки; 14 - шкала показателя преломления: 15 - шкала процентов сухих веществ; 16 - перекрестие сетки; 17 - граница светотени; 18 - выключатель электросети; 19 - электровилка: 20 - ключ для регулировочного винта установки нуль-пункта; 21 - резиновая пробка для окна призм

Перед началом работы проверяют положение нуль-пункта прибора по дистиллированной воде при температуре 20°С. Открывают

верхнюю камеру (рис. 3) и дистиллированной водой промывают поверхность верхней и нижней призм, а затем досуха протирают призмы чистой льняной салфеткой или полотенцем. Пипеткой или оплавленным концом стеклянной палочки наносят на плоскость измерительной призмы (нижняя камера) две-три капли дистиллированной воды и закрывают верхнюю камеру. В окно верхней камеры направляют луч света осветителя и рукоятку 13 с окуляром 11 опускают в нижнее положение до тех пор, пока в поле зрения не появится граница светотени, а перекрестие сетки 16 не совпадает с границей светотени. Если прибор отрегулирован правильно, то граница светотени и перекрестие должны совмещаться с нулевым делением шкалы сухих веществ, а показатель преломления равен 1,33299. При отклонении от этих значений границу светотени и перекрестие сетки совмещают с нулем при помощи регулировочного винта. Для этого открывают пробку 9 и ключом 20 вращают регулировочный винт вправо или влево до совмещения границы светотени и перекрестия сетки с нулевым делением шкалы сухих веществ. После регулировки призму вытирают насухо.

После установки рефрактометра и его юстировки необходимо приподнять верхнюю призму и с помощью стеклянной палочки или пипетки нанести на поверхность нижней призмы несколько капель испытуемой жидкости, при этом не касаясь пипеткой поверхности призмы, чтобы не повредить ее. Верхняя призма опускается на нижнюю, тогда исследуемый раствор располагается тонким слоем между призмами. Для проведения отсчетов нужно, прежде всего, чтобы в окуляре (поз.11) были отчетливо видны деления шкалы. Это достигается установкой окуляра на резкость приближением или удалением его от плоскости шкалы. Затем, наблюдая в окуляр, передвигают его из нижнего положения вверх, пока в поле зрения не покажется граница света и тени. Если эта граница выражена не резко, то, передвигая секторный рычажок компенсатора (поз.3), добиваются резкого разделения темной и светлой частей наблюдаемого поля. Точно совмещают линию раздела с указателем в виде кружка или риски и отмечают показания прибора (по левой шкале отсчитывается коэффициент преломления, по правой – процент сухих веществ).

В случае исследования очень темных растворов, когда нижняя часть поля такая же темная, как и верхняя, следует вместо предельного

угла преломления перейти к определению угла полного внутреннего отражения. Для этого пучок света направляют в боковое отверстие под нижней призмой, а боковое отверстие над верхней призмой закрывают ширмой. При таком освещении затемненный и светлый участки поля меняются местами. Соответствующей установкой компенсатора добиваются резкой линии раздела, отсчет показаний прибора производится, как описано выше. Так определяют содержание сухих веществ всех препаратов.

После каждого определения промывают призмы дистиллированной водой и вытирают насухо фильтровальной бумагой или ватой.

По шкале рефрактометра определяют коэффициент преломления или массовой доли сухих веществ. Если шкала рефрактометра градуирована на коэффициенты преломления, то по табл. находят массовую долю сухих веществ.

Таблица 1 - Определение массовой доли сухих веществ по показателю преломления

Показа-	Macco-	Показа-	Macco-	Показа-	Mac-	Показа-	Macco-	
тель	вая доля	тель пре-	вая	тель пре-	совая	тель пре-	вая доля	
прелом-	сухих	ломле-	доля	ломле-	доля	ломле-		
ления	веществ,	ния при	сухих	ния при	cy-	ния при	сухих	
при	%	20°C	ве-	20°C	хих	$20^{0}C$	ве-	
20°C			ществ,		ве-		ществ,	
			%		щест		%	
					в, %			
1,3330	0,0	1,3456	8,5	1,3598	17,5	1,3865	33,0	
1,3337	0,5	1,3464	9,0	1,3606	18,0	1,3883	34,0	
1,3344	1,0	1,3471	9,5	1,3614	18,5	1,3902	35,0	
1,3351	1,5	1,3479	10,0	1,3622	19,0	1,3920	36,0	
1,3359	2,0	1,3487	10,5	1,3631	19,5	1,3939	37,0	
1,3367	2,5	1,3494	11,0	1,3639	20,0	1,3958	38,0	
1,3374	3,0	1,3502	11,5	1,3655	21,0	1,3978	39,0	
1,3381	3,5	1,3510	12,0	1,3672	22,0	1,3997	40,0	
1,3388	4,0	1,3518	12,5	1,3689	23,0	1,4016	41,0	
1,3395	4,5	1,3526	13,0	1,3706	24,0	1,4036	42,0	
1,3403	5,0	1,3533	13,5	1,3723	25,0	1,4056	43,0	

Показа-	Macco-	Показа-	Macco-	Показа-	Mac-	Показа-	Macco-	
тель	вая доля	тель пре-	вая	тель пре-	совая	тель пре-	вая	
прелом-	сухих	ломле-	доля	ломле-	доля	ломле-	доля	
ления	веществ,	ния при	сухих	ния при	cy-	ния при	сухих	
при	%	20^{0} C	ве-	20^{0} C	хих	20^{0} C	ве-	
20°C			ществ,		ве-		ществ,	
			%		щест		%	
					в, %			
1,3411	5,5	1,3541	14,0	1,3740	26,0	1,4076	44,0	
1,3418	6,0	1,3549	14,5	1,3758	27,0	1,4096	45,0	
1,3425	6,5	1,3557	15,0	1,3775	28,0	1,4117	46,0	
1,3433	7,0	1,3565	15,5	1,3793	29,0	1,4137	47,0	
1,3435	7,1	1,3573	16,0	1,3811	30,0	1,4158	48,0	
1,3441	7,5	1,3582	16,6	1,3829	31,0	1,4179	49,0	
1,3446	8,0	1,3590	17,0	1,3847	32,0	1,4200	50,0	

Массовую долю сухих веществ (X_1) рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{a * m_1}{m}$$

где:

а - показания рефрактометра с учетом поправки на температуру, %;

 m_1 - масса растворенной навески, г;

т - масса навески, г.

4.4 Определение плотности структурированных жидкостей ареометрическим методом

Обычно плотность жидкости определяют при температуре 20 ± 5 °C:

- установить на ровной поверхности цилиндр с исследуемой пробой;
- замерить температуру t_1 исследуемой жидкости через 2-4 мин после опускания термометра в пробу;
- опустить медленно ареометр в исследуемую пробу, погружая его до тех пор, пока до предполагаемой отметки ареометрической шкалы не останется 3-4 мм, затем оставить его в свободно плавающем состоянии;

- провести отсчет показаний плотности ρ_1 визуально по шкале ареометра через 3 мин после установления его в неподвижном положении;
- приподнять ареометр на высоту до уровня балласта в нем и опустить его, оставляя в свободно плавающем состоянии;
- провести второй отсчет показаний плотности ρ_2 , после установления ареометра в неподвижном состоянии, затем измерить температуру t_2 пробы. Повторность измерений должна быть не менее 5.
- при определении температурной зависимости плотности структурированных жидкостей проводят измерения для каждого значения температуры в заданном интервале переменных.

Полученные данные вносят в таблицу 2.

Таблица 2 – Результаты исследований

п/п	Структуриро- ванная жид- кость	Содержание сухих веществ, %			Плотность, кг/м ³								
1		t_1	c_1	t_2	c_2	t_3	c_3	t_1	ρ_1	t_2	ρ_2	t_3	ρ_3

На основании полученных данных сделать заключение о проделанной работе.

5. Вопросы для самоконтроля

- 1. Как определить плотность однородной и неоднородной системы?
- 2. Чем отличается объемный вес от плотности и как они взаимосвязаны между собой?
 - 3. Что такое относительная плотность?
- 4. Назовите способы определения плотности структурированных жидкостей.
- 5. Охарактеризуйте определение плотности ареометрическим методом.
- 6. Охарактеризуйте определение плотности пикнометрическим методом.
- 7. Охарактеризуйте определение плотности способом сообщающихся сосудов.
- 8. Охарактеризуйте рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ в структурированных жидкостях.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

Определение сдвиговых реологических характеристик структурированных жидкостей - вязкости

1. Теоретическая часть

К основным сдвиговым реологическим свойствам структурированных жидкостей относятся динамическая и кинематическая вязкость. Движение жидкости сопровождается внешним трением ее о стенки канала или трубы и внутренним трением, возникающим вследствие скольжения движущихся струек или слоев друг о друга. Внутреннее трение является мерой вязкости — свойством жидкости, характеризующим текучесть, связывающую способность, растекание, т.е. способность оказывать сопротивление касательным усилиям.

В ламинарном потоке скорость элементарно тонких слоев или струек неодинакова и увеличивается к центру, т.е. к оси трубы. Между слоями возникают касательные напряжения, которые обусловлены вязкостью жидкости и подчиняются закону жидкостного трения, впервые сформулированному в виде гипотезы И. Ньютоном:

$$\theta = \eta \cdot \gamma \tag{1}$$

 θ – касательное напряжение, Па;

η – динамический коэффициент вязкости, Па·с;

 γ — градиент скорости — изменение скорости на единицы расстояния, c^{-1} .

Вязкость зависит от температуры и обычно понижается с ее повышением. Единицей динамического коэффициента вязкости в системе МКС является трение, выраженное силой в ньютонах, необходимой для того, чтобы слой поверхностью $1 \, \text{m}^2$ внутри жидкости двигался в своей плоскости со скоростью $1 \, \text{m/c}$ по отношению к другому, параллельному слою, находящемуся на расстоянии $1 \, \text{m}$. Размерность вязкости – кг/(м·с) или Π а·с.

В технической практике часто встречается термин «кинематическая вязкость». Коэффициент кинематической вязкости v представляет собой отношение динамической вязкости η к плотности жидкости при той же температуре:

$$v = \eta/\rho \tag{2}$$

единицей кинематической вязкости в системе СГС является стокс (см 2 /с), в системе МКС – м 2 /с).

Вязкость измеряют приборами, которые называются вискозиметрами (рис.1).

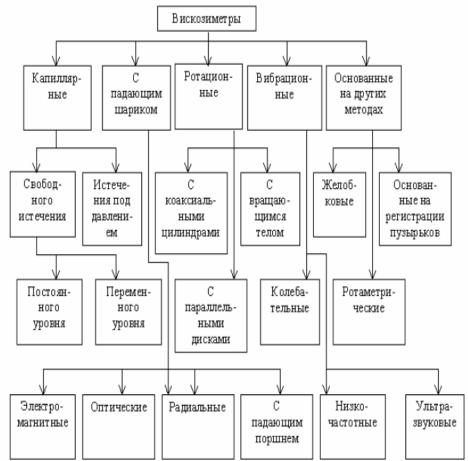


Рис. 1. Классификация вискозиметров

Вискозиметр стеклянный ВПЖ-2 (рис. 2) предназначен для определения кинематической вязкости прозрачных жидкостей. Вискозиметры ВПЖ-2 измеряют вязкость при положительных температурах. Это наиболее точные из вискозиметров, т.к. конструкция преду-

сматривает образование "висячего уровня" при течении жидкости. Таким образом, время течения жидкости не зависит от гидростатического давления и количества жидкости, налитой в вискозиметр. Измерение вязкости основано на определении времени истечения через капилляр объема жидкости из измерительного резервуара за счет силы тяжести.

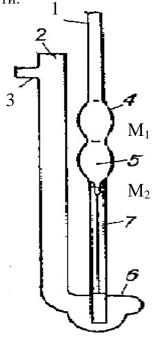


Рис. 2. Вискозиметр стеклянный капиллярный ВПЖ-2 1,2- колена прибора, 3- отводная трубка, 4,5,6- резервуары, 7- капилляр, M_1 и M_2- кольцевые отметки

Кинематическая вязкость жидкости определяется по следующей эмпирической зависимости:

$$v = g\tau/a = A\tau, \,\mathbf{M}^2/\mathbf{c} \tag{3}$$

где а — коэффициент, равный $9,807*10^6$, м⁻¹; А — коэффициент пропорциональности, равный $g/a=1,0003*10^{-6}$ м²/с²; τ — время истечения жидкости, с.

Капиллярные вискозиметры более универсальны по сравнению

с шариковыми. Они дают возможность исследовать аномалию вязкости при различных давлениях истечения, т.е. получить зависимость градиента скорости от напряжения сдвига.

Для определения кинематической вязкости структурированной жидкости необходимо знание величины плотности, которая также как и вязкость, будет зависеть от химического состава и температуры.

Таким образом, структурированные жидкости не имеют статистического предельного напряжения сдвига, т.е. обладают текучестью при любых напряжениях сдвига.

Общими требованиями при работе на капиллярных вискозиметрах является:

- строгая горизонтальная или вертикальная установка прибора;
- заполнение сухого, тщательно промытого прибора исследуемой жидкостью;
- термостатирование исследуемой жидкости при выбранной температуре;
- измерение времени истечения определенного объема жидкости, которое обусловлено вязкостью и разностью высот или гидростатических давлений.
- **2. Цель работы:** освоить методы определения сдвиговых характеристик структурированных жидкостей и установить взаимосвязь между концентрацией раствора желатина и его вязкостью.

3. Задание:

- 3.1. Определить массовую долю влаги в желатине;
- 3.2. Приготовить раствор желатина заданной концентрации;
- 3.3. Определить вязкость приготовленного раствора желатина;
- 3.4. Сделать заключение о проделанной работе.

4. Порядок выполнения работы

- 4.1. Приборы, оборудование, посуда:
- вискозиметр типа ВПЖ-2 U-образный с постоянной, равной $1*10^{-7} 3*10^{-7} \text{ m}^2/\text{c}$;
- -технические весы и разновесы;
- -термостат воздушный с температурой 40°C;

- бюксы;
- -конические колбы вместимостью 250-300 см³;
- колбы мерные вместимостью $100 (200, 250 \text{ cm}^3)$;
- -пипетки вместимостью 1,5,10 см³ (с ценой деления 0,1 см³), 10,15,20 см³;
- -фильтр стеклянный;
- -пробки резиновые с узким отверстием;
- цилиндр мерный на 50, 100, 250 cм³;
- термометр;
- термостат водяной или водяная баня с регулятором температуры;
- рефрактометр лабораторный;
- -марля;
- вода дистиллированная.
- 4.2 Определение массовой доли влаги в желатине (экспресс-метод)
- 2,5-3,0 г желатина, взвешенного с погрешностью $\pm 0,0002$ г в бюксе, предварительно высушенной в течение 5 мин при температуре (190 ± 10) °C, помещают в сушильный шкаф, нагретый до 215 °C. Затем регулятор температуры устанавливают на 200 °C и высушивают навеску в течение 15 мин без учета времени на выравнивание температуры. По окончании сушки бюксу с навеской охлаждают в эксикаторе и взвешивают с той же погрешностью.

Массовую долю воды в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M} \times 100 \tag{4}$$

где M_1 – масса бюкса с навеской до сушки, г;

М2 - масса бюкса с навеской после сушки, г;

М - масса бюкса без навески, г.

4.3 Приготовление раствора желатина заданной концентрации (5 или 10 %-ной).

Массу желатина (X_1) для приготовления раствора с заданной массовой долей в пересчете на сухое вещество в граммах вычисляют по формуле:



(5)

Массу воды для приготовления раствора (z) в граммах вычисляют по формуле:

 \sim (6)

где с - требуемая массовая доля желатина в растворе, %;

V - масса раствора, необходимая для проведения анализа, г;

W - массовая доля влаги в желатине, %;

100 - коэффициент пересчета, %.

Растворение навески:

Массу желатина, взвешенную с погрешностью ± 0.01 г, помещают в колбу, заливают расчетным количеством воды, аккуратно перемешивают, накрывают и оставляют для набухания при комнатной температуре в течение (1.5 ± 0.5) ч, а для желатина, выработанного кислотным способом, - (2 ± 0.5) ч. Во время набухания желатин периодически перемешивают.

Колбу с набухшим желатином помещают в термостат, нагретый до (55 ± 5) °C, и при осторожном перемешивании желатин растворяют 30-40 мин. Затем колбу вынимают из термостата, раствор фильтруют через 3-4 слоя марли и охлаждают до 41-43 °C. Концентрацию раствора проверяют по рефрактометру и при необходимости разбавляют водой. При этом массу желатина для приготовления раствора берут на 2,5-3,0 % больше расчетной.

4.4. Определение вязкости приготовленного раствора желатина Подготовка к испытанию:

20 г желатина (в пересчете на сухое вещество) взвешивают с погрешностью не более 0.01 г, помещают в колбу, заливают рассчитанное количество воды, взятой с погрешностью не более 0.5 см 3 , закрывают колбу резиновой пробкой с узким отверстием (для выхода воздуха) и оставляют раствор при комнатной температуре в течение 1 ч для набухания желатина. Во время набухания желатин периодически перемешивают. Колбу с набухшим желатином помещают в термостат, нагретый до 65-70 °C и при осторожном перемешивании желатин растворяют 30 мин, при этом температура раствора не должна превышать

 $60~^{\circ}$ С. Затем колбу вынимают из термостата и раствор охлаждают до 41-43 $^{\circ}$ С. Определение вязкости проводят не позднее 30~ мин после охлаждения раствора.

Приготовленный раствор желатина фильтруют через стеклянный фильтр, вливают в вискозиметр и помещают в термостат с температурой 39-41 °C, выдерживают в нем 10-15 мин и проводят два параллельных определения, в каждом определении измеряют время истечения два раза. Измеряют время понижения уровня в трубке от отметки M_1 до отметки M_2 . Необходимо обращать внимание на то, чтобы к моменту подхода уровня жидкости к отметке M_1 в капилляре не было бы пузырьков воздуха.

Кинематическую вязкость v (${\rm M}^2/{\rm c}$) раствора желатина рассчитывали по следующей формуле:

$$v = g \cdot \tau \cdot K/9,807 \tag{7}$$

где g — ускоряющие силы тяжести в месте измерения, м/ c^2 ;

 τ – время истечения исследуемого раствора через капилляр, с;

K – коэффициент, соответствующий вискозиметру с определенным диаметром капилляра.

Полученные данные вносят в таблицу Таблица – Результаты исследований

	١	, , ,				
п/п	Раствор желатина	Содержание влаги, %	Кинематическая вязкость, м ² /с	Динамическая вязкость, Па·с		
1			,			
2						
3						

На основании полученных данных сделать заключение о взаимосвязи между концентрацией раствора желатина и его вязкостью.

5. Вопросы для самоконтроля

- 1. Что такое вязкость жидкости?
- 2. Как влияет температура на вязкость жидкости?
- 3. В каких единицах измеряется кинематическая и динамическая вязкость в различных системах единиц?
- 4. Чем отличается кинематический коэффициент вязкости от динамического?

- 5. Какие типы вискозиметров для измерения вязкости ньютоновских и структурированных жидкостей знаете?6. Каковы особенности капиллярных вискозиметров?

 - 7. Теория капиллярного вискозиметра.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

Спектроскопия. Теоретические основы. Использование спектров для оценки качества сырья и готовой продукции. Общая характеристика контаминантов сырья и продуктов животного происхождения. Атомно-эмиссионная и атомно- абсорбционная спектроскопия. Определение токсичных элементов методом атомной абсорбции в сырье и продуктах питания

Метод определения содержания тяжелых металлов в рыбе, морских млекопитающих, морских беспозвоночных, продуктах, вырабатываемых из них и других продуктах

Принцип метода:

Метод основан на пламенной или беспламенной атомной абсорбции.

Атомы элементов способны возбуждаться под действием световой энергии, поглощая свет соответствующих частот, совпадающих с частотами излучения атомов этих элементов. Поглощение световой энергии прямо пропорционально концентрации элемента, присутствующего в атомном облаке. Для атомизации пробы используется тепловая энергия пламени или графитовая кювета.

Отбор и подготовка проб:

Отбор проб производится для рыбы, продуктов из нее, морских млекопитающих и беспозвоночных - по ГОСТ 7631, для водорослей - по ГОСТ 20438-75, для консервов и пресервов по ГОСТ 8756.0-70.

Подготовка лабораторных проб проводится в соответствии с ГОСТ 7636, ГОСТ 5370, ГОСТ 16280, ГОСТ 17206, ГОСТ 22455, ГОСТ 6370.

Ход определения:

Минерализацию исследуемого образца можно проводить сухим или мокрым способом.

Сухая минерализация

Навеску исследуемого образца, измельченного с помощью скальпеля, ножниц или путем растирания в фарфоровое ступке при исследовании консервов (использование мясорубки не допускается), массой от 5 до 40 г (конечная масса золы должна быть около 0,5 г), взятую с погрешностью не более 0,01 г, помечает в кварцевый тигель

и подсушивает при нагревании, затем осторожно обугливают и озоляют в муфельной печи при температуре не более 450 °C до получения золы, однородного цвета без черных вкраплений (48 ч.).

Полученную золу растворяют в 5 см³ концентрированной азотной кислоты, раствор количественно переносят в пробирки с притертой пробкой вместимостью 10 см³. Пробирки с раствором помещают в сушильный шкаф и выдерживает от 2,5 до 3 час пря температуре 100 °С, после чего раствор переносят в стакан из термостойкого стекла вместимостью от 30 да 50 см³, осторожно смывая стенки пробирки небольшим количеством (от 2 до 3 см³) дистиллированной воды и выпаривают жидкость при слабом нагревают. Добавляют 15 см³ азотной кислоты, разведенной 1:100, снова выпаривают жидкость до влажного состояния исследуемого образца, смывают дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 25 см³ через беззольный фильтр, доводят объем до метки, тщательно перемешивают и фотометрируют при определенной длине волны.

Мокрая минерализация

Навеску исследуемого образца массой от 1,5 до 2,0 г, взятую с погрешностью не более 0,001 г, помещают в предварительно высушенную до постоянной массы широкогорлую коническую колбу вместимость 50-100 см³ и высушивают до постоянного веса в сушильном шкафу при температуре 100-105 °C. Высушенную навеску заливают 10 см³ концентрированной азотной кислоты, закрывают пробкой и оставляют на ночь. Азотную кислоту выпаривают из колбы до влажного состояния навески, затем трижды добавляют по 10 см³ дистиллированной воды, каждый раз выпаривая до влажного состояния образца.

Содержимое колбы переносят дистиллированной водой через фильтр в мерную колбочку вместимостью 25 см³, объем жидкости доводят до метки, тщательно перемешивают и фотометрируют при определенной длине волны.

Количество металла, соответствующее определенной высоте сигнала, находят по калибровочному графику.

Обработка результатов:

Содержание исследуемого элемента (мкг/г или мг/г) определяют по формуле:

 $m_1 \ K \ V$ $X = \frac{m_1 \ K \ V}{m}$ (при сухой минерализации) или $m \ m_1 \ V$ $X = \frac{m_1 \ V}{m}$ (при мокрой минерализации), где:

 m_1 - содержание исследуемого металла, найденное по калибровочному графику, мкг ;

m - масса исследуемого образца, г (в случае сухого озоления - мокрая навеска, в случае мокрого - сухая навеска);

К - коэффициент зольности (отношение массы всей полученной золы к массе исследуемого образца);

V - объем (25 см³), до которого доводится дистиллированной водой исследуемая проба, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными результатами не должно превышать:

для олова 5,0 мг/кг; для меди 0,5 мг/кг; для цинка 1,0 мг/кг; для кадмия 0,01 мг/кг; для свинца 0,02 мг/кг.

<u>Построение калибровочного графика:</u> Готовятся стандартные растворы для всех исследуемых элементов с различным содержанием металла в $1~{\rm cm}^3$.

Стандартный раствор олова

 $0,1\,$ г измельченного металлического олова х.ч., отвешенного с погрешностью не более $0,001\,$ г, растворяют в $10\,$ см 3 концентрированной соляной кислоты, добавляют $2\,$ см 3 $350\,$ г/дм 3 раствора перекиси водорода. Раствор умеренно нагревают, добавляет $40\,$ см 3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем до $1000\,$ см 3 (в мерной колбе) дистиллированной водой. І см 3 раствора содержит $100\,$ мкг олова.

Стандартный раствор меди

0,3939 г сульфата меди (CuSO₄ * $5H_2O$) отвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в мерной колбе вместимостью I дм³; I см³ приготовленного раствора содержит 100 мкг меди.

Стандартный раствор цинка

0,1 г х.ч. цинка, отвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 10 см 3 соляной кислоты, разбавленной в отношении 1:1. Раствор перемешивают в мерной колбе вместимостью I дм 3 , доводят объем до метки. I см 3 раствора содержит 100 мкг цинка.

Стандартный раствор кадмия

16,3 мг хлористого кадмия, отведенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяет в мерной колбе вместимостью І дм³ дистиллированной водой. Это основной раствор. Рабочий раствор готовится разведением 5 cm^3 основного раствора дистиллированной водой до объема 100 cm^3 (в мерной колбе). І см³ рабочего раствора содержит 0,5 мкг металлического кадмия.

Стандартный раствор свинца

0,1593 г предварительно высушенного азотнокислого свинца, отвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в мерной колбе вместимостью $1000~{\rm cm}^3$ в азотной кислоте, разбавленной в соотношении 1:100. Это основной раствор, который перед употреблением разбавляют той же кислотой в отношении 1:100 и получают рабочий раствор, содержащий в $I~{\rm cm}^3~10~{\rm mkr}$ свинца.

Содержание меди

Определение меди основано на йодометрическом титровании. При взаимодействии солей меди в слабокислой среде с йодистым калием выделяется свободный йод, который оттитровывают тиосульфатом натрия.

$$2CuCl + 4KJ -> CuJ_2 + 4KCl + J_2$$

 $J + 2Na_2S_2O_3 -> 2NaJ + Na_2S_4O_6$

Для вывода из сферы реакции железа прибавляют однометаллический фосфат натрия:

$$FeCl_3 + NaH_2PO_4 \rightarrow Fe_3PO_4 + NaCl + 2HCl$$

Навеску томата в количестве 50 г взвешивают с точностью 0,01 г в предварительно взвешенный фарфоровый тигель или чашку. Затем обугливают на плитке до прекращения выделения дыма и озоляют в муфельной печи. Золу растворяют в разбавленной азотной кислоте (1:3) и раствор выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют небольшое количество (2-3 см³) 10%-ной соляной кислоты и снова выпаривают досуха; при выпаривании необходимо избегать прокаливания. Остаток обрабатывают при нагревании 10см³ воды и 3 см³ концентрированной СН₃СООН кислоты. Содержимое тигля переносят в стакан, промывают над ним тигель несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды с таким расчетом, чтобы общий объем жидкости был больше 50 см³, прибавляют туда же 5 г однометаллического фосфата натрия (NaH₂PO₄) и после его растворения вносят 3 г йодистого калия.

Выделившийся йод титруют 0,01 Н раствором тиосульфата натрия при сильном взбалтывании.

Параллельно рекомендуется проводить контрольное титрование. Количество меди (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(V - V_1) \text{ K} \cdot \text{B} \cdot 1000}{\text{m}}$$

$$X = \frac{\text{m}}{\text{N} \cdot \text{COST}}$$

где B = 0.6357 мг/мл

V - количество 0,01 H раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование в рабочем опыте, см³;

 V_1 - количество 0,01 H раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование в контрольном опыте, см 3 .

Вопросы для самоконтроля

- 1. На чем основаны методы определения содержания тяжелых металлов в сырье, готовой продукции?
- 2. В чем различия «сухой» и «мокрой» минерализации?
- 3. Как осуществляется подготовка проб для анализа?
- 4. На чем основано определение содержания меди?
- 5. Что такое «стандартные растворы»? Как осуществляется их приготовление?
- 6. Какие нормативные документы регламентируют содержание тяжелых металлов в сырье и пищевых продуктах?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8

Физико-химические методы исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов. Методы оценки качества мясного сырья и мясной продукции

1. Цель работы определить доброкачественность колбасных изделий.

2. Задание:

- 2.1. Провести органолептические исследования на свежесть.
- 2.2. Определить pH, качественные реакции на NH_3 (по Эберу) и сероводород.
- 2.3. Сделать микроскопию мазков-отпечатков с окраской по Грамму
- 2.4. Дать заключение о степени свежести исследуемой колбасы и ее санитарную оценку.

Доброкачественность колбасных изделий зависит от качества сырья (мяса, жира и др.), соблюдения технологических режимов изготовления, а также условий хранения и реализации.

3. Порядок выполнения работы

Органолептическое исследование

Перед органолептическим исследованием колбасные батоны освобождают от шпагата, отрезают концы кишечной оболочки (пупки), разрезают вдоль по диаметру, с одной стороны батона снимают оболочку. Определяют вид колбасного изделия с поверхности и на разрезе, запах, вкус, консистенцию. При оценке внешнего вида обращают внимание на цвет, равномерность окраски, структуру, состояние отдельных ингредиентов (особенно шпика) и др.

Наличие липкости и ослизнения устанавливают легким прикосновением пальцев к продукту. Запах в глубине продукта определяют сразу же после разреза оболочки и поверхностного слоя и быстрого разламывания колбасных изделий. При исследовании окороков и копченостей дополнительно выясняют запах слоев мышечной ткани, прилегающие к кости. Запах целых неразрезанных окороков, копченостей и колбасных изделий определяют по запаху только что вынутой из толщи продукта специальной деревянной или металлической спицы или иглы.

Вкус и запах сосисок, сарделек устанавливают в разогретом

состоянии, для чего их в целом виде опускают в холодную воду и нагревают до кипения.

Легким надавливанием пальца на свежий разрез батона выясняют его консистенцию. Крошливость фарша можно определить осторожным разламыванием среза колбасы. Цвет фарша и шпика оценивают со стороны оболочки после ее снятия с половины батона и на разрезе. Для исследования на вкус колбасы режут на ломтики толщиной: вареные и фаршированные - 3-4 мм, полукопченые - 2-3, сырокопченые - 1,5-2, ливерные - 5 мм.

Доброкачественные (свежие) колбасные изделия должны иметь следующие показатели. Оболочка сухая, крепкая, эластичная, без налетов плесени, плотно прилегает к фаршу (за исключением целлофановой оболочки). На оболочке сырокопченых колбас допускается белый сухой налет плесени, не проникший через оболочку в колбасный фарш. Поверхность копченостей сухая, чистая, без пятен и плесени. Запах и вкус должны быть свойственные для данного вида колбасных изделий, с ароматом специй, без признаков затхлости, кисловатости, посторонних привкусов и запаха. Окраска фарша - характерная для данного вида колбасных изделий, однородная как около оболочки, так и в центральной части; шпик белого цвета или с розоватым оттенком. В низкосортных колбасах допускается наличие единичных кусочков пожелтевшего шпика (в колбасах 1 сорта - не более 10 %, II сорта - не более 15 %).

У копченостей мышечная ткань равномерно окрашенная, без серых пятен, жир белого цвета или с розоватым оттенком, без пожелтения. Консистенция ливерных и кровяных колбас - мажущаяся; вареных и полукопченых - упругая, плотная, некрошливая, нерыхлая; копченых - плотная.

Колбасные изделия с вышеперечисленными органолептическими показателями допускаются к свободной реализации.

Колбасы подозрительной свежести имеют влажную, липкую оболочку, возможно, с наличием плесени. Оболочка легко отделяется от фарша, но не рвется. На поперечном разрезе по периферии обнаруживают темно-серый ободок; вся остальная часть батона сохраняет свою естественную окраску. В поверхностных слоях батона фарш слегка размягчен. Запах его со слабыми признаками кисловатости

или затхлости. Аромат специй ощущается слабо.

Колбасы несвежие оболочка отстает от поверхности фарша и легко разрывается. Цвет фарша с поверхности серый или зеленоватый, на разрезе обнаруживают серые и зеленые участки. Консистенция фарша рыхлая, запах - резкий, неприятный (затхлый, прогорклый, гнилостный, кислый).

К химико-микробиологическим исследованиям прибегают при сомнительных органолептических показателях.

Для микроскопии мазков отпечатков вырезают кусочки из поверхностных слоев (из-под оболочки) и из центра батона. Качественные реакции на аммиак (по Эберу) и сероводород ставят так же, как и при исследовании мяса.

Для определения величин рН из фарша удаляют шпик. Фарш тщательно измельчают и перемешивают.

В колбасах свежих при микроскопии мазков-отпечатков в поверхностных слоях выявляют до 20 микроорганизмов в поле зрения микроскопа, в глубоких - единичные; качественные реакции на аммиак и сероводород отрицательные, рН 5-6,8. В колбасах подозрительной свежести число микробов в поверхностных слоях 20-30, в глубоких - 10-20, реакции на аммиак и сероводород слабоположительные, рН 6,9-7. Несвежие колбасы имеют в поверхностных слоях более 30, в глубоких - 20-30 микроорганизмов, реакции на аммиак и сероводород положительные, рН 7,1 и выше.

Показатели концентрации водородных ионов свежих копченых колбас 6,2-6,7; подозрительной свежести - 6,8-7; несвежих 7,1 и выше; для ливерных колбас соответственно 6,2-6,6; 6,7-7, 7,1 и выше.

Вареные колбасы подозрительной свежести перерабатывают на низшие сорта колбас. Колбасы несвежие, а также при выявлении в них личинок насекомых и помета грызунов, направляют на техническую утилизацию.

Рекомендуемая литература представлена в рабочей программе дисциплины