

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова

А. С. Захарова, С. С. Кузьмина, Е. Ю. Егорова

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНОГО АНАЛИЗА СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ И ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ

**Учебно-методическое пособие к дисциплинам
«Лабораторные методы анализа продуктов переработки
растительного сырья», «Пищевые дисперсные системы»**
для студентов направления подготовки
«Продукты питания из растительного сырья», «Пищевые системы»
(уровень бакалавриата, магистратуры, аспирантуры)
очной и заочной форм обучения

*Рекомендовано Алтайским государственным техническим
университетом им. И.И. Ползунова в качестве учебно-методического пособия для студентов на-
правлений подготовки 19.03.02, 19.04.02 «Продукты
питания из растительного сырья», 4.3.3 «Пищевые системы»*

ISBN 978-5-7568-1446-0



АлтГТУ
Барнаул • 2023

УДК 664.7/.6+543.68

ББК 36-1 я73

Захарова, А. С. Оптические методы лабораторного анализа сырья, полуфабрикатов и продуктов питания : учебно-методическое пособие к дисциплинам «Лабораторные методы анализа продуктов переработки растительного сырья», «Пищевые дисперсные системы» для студентов направления подготовки «Продукты питания из растительного сырья», «Пищевые системы» (уровень бакалавриата, магистратуры, аспирантуры) очной и заочной форм обучения / А. С. Захарова, С. С. Кузьмина, Е. Ю. Егорова ; Алт. гос. техн. ун-т им. И. И. Ползунова. – Барнаул : АлтГТУ, 2023. – 77 с. – URL : http://elib.altstu.ru/uploads/open_mat/2023/Zaharova_OMLASPiPP_ump.pdf. – Текст : электронный.

ISBN 978-5-7568-1446-0

В учебно-методическом пособии изложен теоретический материал, определены порядок и содержательная часть выполнения лабораторных работ по дисциплинам «Лабораторные методы анализа продуктов переработки растительного сырья», «Пищевые дисперсные системы» для бакалавров и магистрантов направлений подготовки «Продукты питания из растительного сырья», (очной и заочной форм обучения). Учебно-методическое пособие рекомендовано для магистрантов и аспирантов направлений подготовки «Продукты питания из растительного сырья», «Пищевые системы» (очной и заочной форм обучения), выполняющих научно-исследовательские работы в области обработки, хранения и переработки злаковых, бобовых культур, крупяных продуктов, плодоовощной продукции и виноградарства.

Пособие рассчитано на помощь студентам и преподавателю при выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Лабораторные методы анализа продуктов переработки растительного сырья» и «Пищевые дисперсные системы», может быть использовано в качестве дополнительного источника литературы при изучении курсов данных дисциплин, а также на этапе выполнения научно-исследовательской работы, преддипломной практики и выпускной квалификационной работы бакалаврами направлений подготовки «Продукты питания из растительного сырья», студентами магистратуры и аспирантуры направлений подготовки «Продукты питания из растительного сырья», «Пищевые системы» (очной и заочной форм обучения). Пособие написано в соответствии с требованиями ФГОС ВО и Рабочих программ дисциплин, согласно ГОСТ 2.105–2019 «Общие требования к текстовым документам» и СТО АлтГТУ 12 700–2013 «Лабораторные работы. Общие требования к организации и проведению занятий».

Рецензенты:

С. Л. Тихонов – д. т. н., профессор, зав. кафедрой пищевой инженерии Уральского государственного экономического университета;

Д. В. Минаков – к. б. н., доцент кафедры органической химии Института химии и химико-фармацевтических технологий АлтГУ

Учебно-методическое пособие
Минимальные системные требования
Yandex (20.12.1) или Google Chrome (87.0.4280.141) и т. п.
скорость подключения - не менее 5 Мб/с, Adobe Reader и т. п.

Дата подписания к использованию 14.04.2023. Объем издания – 1,5 Мб.

Федеральное государственное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И. И. Ползунова», 656038, г. Барнаул, пр-т Ленина, 46, <https://www.altstu.ru>.

ISBN 978-5-7568-1440-8

© Захарова А. С., Кузьмина С. С., Егорова Е. Ю., 2023

© Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, 2023

[вперед \(содержание\)](#)

Содержание

1 Введение в раздел дисциплины.....	5
2 Рефрактометрические исследования.....	7
Лабораторная работа 1. Определение сухих веществ в продуктах переработки плодов и овощей рефрактометрическим способом.....	10
Лабораторная работа 2. Рефрактометрическое определение массовой доли влаги в кондитерской помаде.....	12
Лабораторная работа 3. Рефрактометрическое определение сухих веществ в напитках и сиропах.....	13
Лабораторная работа 4. Рефрактометрическое определение сахара в пищевых концентратах.....	15
Лабораторная работа 5. Рефрактометрическое определение воды в пчелином мёде.....	16
Лабораторная работа 6. Рефрактометрическое определение жира в сырье и продукции кондитерского производства.....	18
Вопросы для самоконтроля по теме «Рефрактометрические исследования»	21
3 Фотометрические методы исследований.....	22
Лабораторная работа 1. Анализ цвета продуктов переработки плодоовощного сырья.....	25
Лабораторная работа 2. Определение содержания в воде железа.....	28
Лабораторная работа 3. Контроль цвета томатопродуктов.....	30
Лабораторная работа 4. Определение содержания фосфолипидов в растительных маслах.....	32
Лабораторная работа 5. Определение содержания флавоноидов и антоцианов в растительном сырье и готовой продукции.....	36
Лабораторная работа 6. Определение цвета пчелиного мёда.....	41
Вопросы для самоконтроля по теме «Фотометрические методы исследований»	43
4 Нефелометрические методы исследований.....	44
Лабораторная работа 1. Определение суммарного белка в растворах.....	45
Лабораторная работа 2. Анализ прозрачности растительных масел.....	47
Лабораторная работа 3. Анализ мутности пищевых дисперсных систем. Определение концентрации дрожжевой суспензии.....	49

Вопросы для самоконтроля по теме «Нефелометрические методы исследований»	53
5 Поляриметрические исследования.....	54
Лабораторная работа 1. Определение сахарозы в растворах.....	58
Лабораторная работа 2. Определение массовой доли сахарозы в сахаре.....	63
Вопросы для самоконтроля по теме «Поляриметрические исследования»..	67
6 Правила техники безопасности при работе в лаборатории.....	68
7 Рекомендуемая литература.....	71
8 Требования к структуре и содержанию отчетов по лабораторным работам.....	72
Приложение А. Форма титульного листа отчёта по лабораторной работе...	73
Приложение Б. Таблицы поправок показаний рефрактометра на температуру и кислотность продуктов.....	74
Приложение В. Таблицы корреляции показателя преломления и содержания сухих веществ (сахарозы).....	75
Приложение Г. Значения поправок к величине поляризации.....	76

1 ВВЕДЕНИЕ В РАЗДЕЛ ДИСЦИПЛИНЫ

Оптические методы исследований – это самостоятельная группа методов лабораторных испытаний, основанных на измерении и интерпретации эффектов поглощения, отражения или преломления потока света анализируемыми объектами, характеризующих их оптические свойства.

Оптические методы лабораторного анализа подразделяют на группы методов в соответствии с характером взаимодействия исследуемого вещества с электромагнитным полем:

- рефрактометрический анализ;
- фотометрические методы анализа (колориметрия, фотоколориметрия, спектрофотометрия);
- нефелометрический и турбидиметрический анализ;
- поляриметрический анализ;
- интерферометрический анализ;
- люминесцентный анализ;
- спектральный анализ (спектрофотометрия, пламенная фотометрия, эмиссионный анализ с использованием эффекта комбинационного рассеяния света и др.).

Все оптические методы, кроме рефрактометрии и поляриметрии, основаны на регистрации электромагнитного излучения. То есть в основе измерений лежит взаимодействие электромагнитного излучения с определяемым веществом.

Основные характеристики электромагнитного излучения, используемые при измерениях и расчетах:

1. **Длина волны** $\lambda=c\cdot\tau$ [мкм = 10^{-6} м; нм = 10^{-9} м; Å = 10^{-10} м], где $c=3\cdot 10^8$ м/с – скорость света (в вакууме);

2. **Частота** $\nu=1/\tau$ – число колебаний в 1 секунду, где τ – период колебаний;

3. **Волновое число** $\tilde{\nu}=1/\lambda$ [см] – величина, обратная длине волны в вакууме;

4. **Интенсивность излучения** I [Вт/м²] – мощность излучения, приходящаяся на единицу поверхности.

Оптические методы применяются в практике идентификации и количественного анализа пищевого сырья, при контроле технологического процесса – по соответствующим характеристикам полуфабрикатов (например, сахарного сиропа, инвертного сиропа), при выходном контроле качества различных продуктов питания (массовая доля жира и сахара в кондитерских изделиях, массовая доля сухих веществ в сиропах и т. д.).

Разнообразие стандартных методик, основанных на использовании оптических методов и применимых в отношении многих видов сырья, полуфабрикатов и продуктов питания, объясняется простотой подготовки проб и наличием соединений, пригодных для несложных приборных исследований, основанных на эффектах светопоглощения, отражения, преломления и поляризации.

Эффективность применения описанных методик, достоверность и воспроизводимость полученных результатов в каждом случае определяется качеством пробоподготовки и соблюдением условий применимости метода к конкретным технологическим характеристикам и показателям исследуемых объектов.

2 РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Рефрактометрия основана на определении показателя преломления веществ или их растворов. Реализуется с применением разных моделей рефрактометров – Пульфриха, Аббе, ИРФ-23 (рисунок 1) и РЛ или посредством измерения интерферометрами.



Рисунок 1 – Рефрактометр монохроматический ИРФ 454

При пересечении лучом света границ раздела двух прозрачных сред (призм рефрактометра) направление луча света меняется – луч преломляется. При преломлении света обычно не вся световая энергия луча переходит из одной среды в другую, так как часть её отражается (рисунок 2).

Явление рефракции представляет собой меру электронной поляризуемости атомов, молекул, ионов. Когда свет как электромагнитное излучение проходит через какое-то вещество, то даже при отсутствии прямого поглощения он (свет) может взаимодействовать с электронными облаками молекул или ионов, вызывая их поляризацию.

Взаимодействие электромагнитных полей светового пучка и электронного поля атома приводит к изменению поляризации молекулы и скорости светового потока. По мере возрастания поляризуемости среды возрастает и показатель преломления, величина которого связана с молекулярной рефракцией.

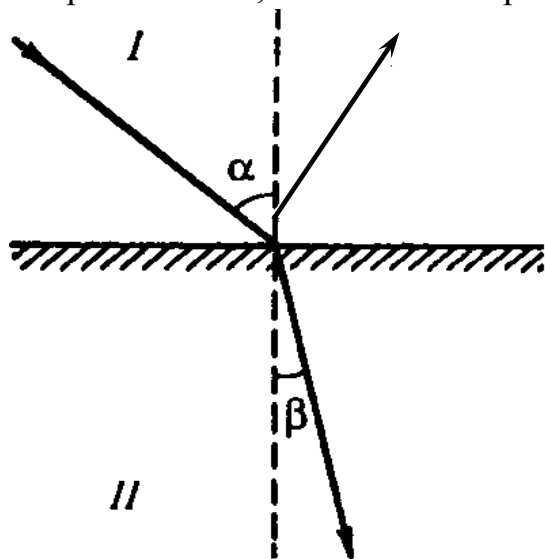


Рисунок 2 – Преломление луча света

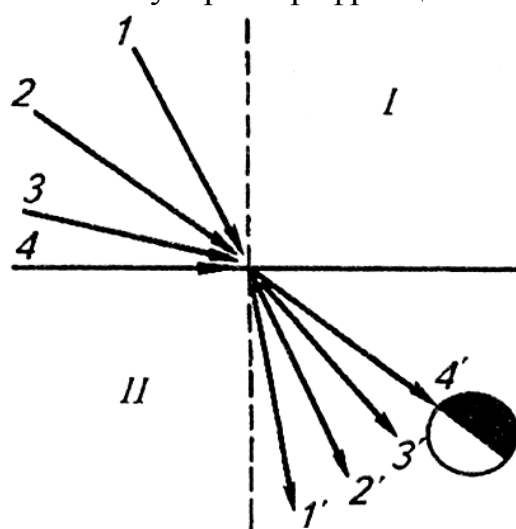


Рисунок 3 – Угол полного внутреннего отражения

Рефрактометры устроены так, что исследуемое вещество помещается между двумя призмами (двумя половинами призмы). Свет, пропущенный через призму, преломляясь или отражаясь от границы раздела сред (призмовещество), освещает только часть шкалы, образуя достаточно резкую границу света и тени (рисунок 3).

Показатель преломления (коэффициент преломления) представляет собой отношение синуса угла падения α луча света к синусу угла его преломления β :

$$n = \sin \alpha / \sin \beta .$$

Когда луч света переходит из вакуума или воздуха в другую среду, то угол падения всегда больше угла преломления. При увеличении угла падения меняется соотношение между долями световой энергии, уходящей в другую среду и отраженной от нее.

При угле падения 40° и более луч света вполне отражается от поверхности раздела и называется углом полного внутреннего отражения (рисунок 3), а угол падения – предельным углом падения. Зная угол полного внутреннего отражения, можно рассчитать показатель преломления по формуле

$$n = 1/\sin \alpha ,$$

где α – угол полного внутреннего отражения.

Принцип действия рефрактометра становится понятен, если проследить ход лучей через его призмный блок (рисунок 4).

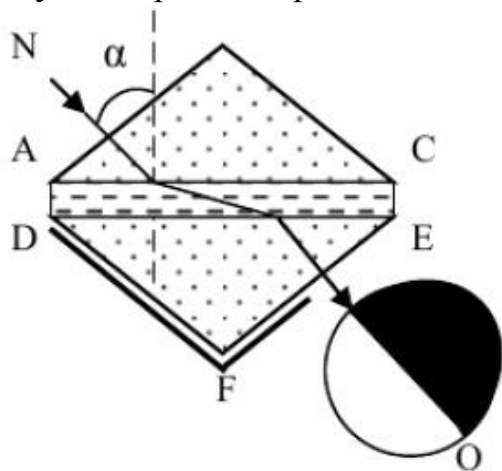


Рисунок 4 – Ход лучей через призмный блок рефрактометра

Призмный блок состоит из двух гипотенузных призм, между которыми имеется зазор для тонкого слоя исследуемой жидкости. Луч N проходит через осветительную призму ABC, плоскопараллельный слой жидкости, измерительную призму DEF и попадает в окуляр.

Угол α близок к предельному углу падения. Лучи, падающие под большими углами, чем угол α , вследствие полного внутреннего отражения не попадут в окуляр, и верхняя его часть не будет освещена.

Лучи, падающие под меньшими углами, чем угол α , также не попадут в окуляр, так как нижняя призма имеет черненую металлическую оправу, ограничивающую ее поверхность. По этим причинам в окуляре возникает граница светотени, которая может перемещаться в зависимости от показателя преломления исследуемой жидкости.

Совместив указатель (перекрестье) в окуляре рефрактометра с границей светотени, измеряют показатель преломления исследуемой жидкости по шкале рефрактометра. Граница светотени указывает на шкале численное значение показателя преломления, как показано на схеме рефрактометра (рисунок 5).

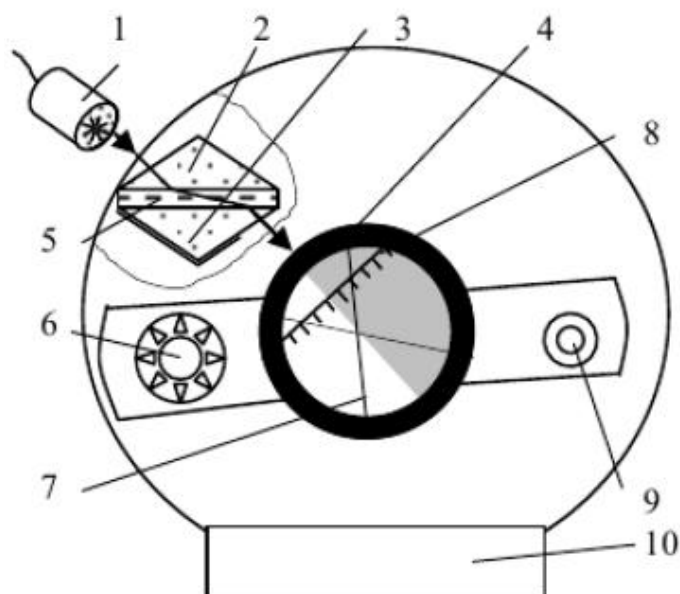


Рисунок 5 – Схема рефрактометра:

- 1 – лампа источника света; 2 – верхняя осветительная призма;
 3 – нижняя измерительная призма; 4 – окуляр; 5 – исследуемая жидкость;
 6 – ручка компенсатора; 7 – перекрестье указателя; 8 – измерительная шкала;
 9 – ручка вращения рычага окуляра; 10 – стойка корпуса рефрактометра

Для определения показателя преломления раскрывают призмный блок рефрактометра, разделяя призмы. На нижнюю призму наносят несколько капель анализируемой жидкости, призмы закрывают, включают осветитель 1.

Вращением ручки рычага окуляра 9, находят такое его положение, при котором в окуляре видны две половинки поля зрения – темная и светлая. Вращением ручки компенсатора 6 устраняют радужность границы раздела светотени, так как вследствие дисперсии граница может быть нечёткой, размытой и окрашенной во все цвета радуги. Компенсатор дисперсии – это специальное устройство, состоящее из двух призм, вращающихся в разные стороны.

При прохождении пучка лучей разного цвета через компенсатор отклонения дисперсии сводятся к нулю и образуется один белый луч. В результате получается чёткая и резкая граница между светлой и тёмной половинами поля зрения.

Вращением рычага добиваются прохождения границы светотени через перекрестье указателя 7 – в таком положении граница светотени указывает на шкале 8 рефрактометра значение показателя преломления жидкости (n), заключенной между его призмами.

Показатель преломления зависит от внутреннего состояния вещества, он также зависит от температуры, давления, концентрации, природы растворителя. Поэтому для систематизации полученных результатов, принимается показатель преломления (принятых стандартными), снятый с прибора при температуре $20 \pm 0,3$ °C, в спектре натрия (598,3 нм). Полученный при данных условиях показатель преломления имеет обозначение n_D^{20} , который и используется в справочных данных основных физико-химических свойств веществ.

При измерениях в условиях другой температуры вводят поправки на температуру (Приложение Б).

Вариации методов исследований, использующие принцип рефракции, представляют собой целую совокупность методов и средств измерения показателей преломления: измерение угла преломления света; измерение угла полного внутреннего отражения; интерференционный метод и т. д.

Поскольку показатель преломления среды связан с составом и структурой вещества, данный метод позволяет определить: а) подлинность и чистоту веществ (сырья), б) концентрацию определенного вещества (например, воды, соли, сахарозы) или суммы веществ (внесенный в стандарты на напитки показатель качества «содержание суммы сухих веществ, %») в анализируемой среде – сырье, полуфабрикатах (сахарные сиропы, маринады, помада) и готовой продукции (соки, алкогольные и безалкогольные напитки, плодово-ягодные и овощные пюре и соусы, плодово-ягодные кондитерские изделия и т. д.).

Лабораторная работа 1. Определение сухих веществ в продуктах переработки плодов и овощей рефрактометрическим способом

Цель работы: приобретение практических навыков по определению сухих веществ в сырье, полуфабрикатах и продукции пищевых и перерабатывающих производств методом рефрактометрии.

Выполнение работы

Определение сухих веществ в продуктах переработки плодов и овощей регламентируется ГОСТ ISO 2173–2013 «Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ». Массовую долю растворимых сухих веществ можно определить прямым считыванием по шкале рефрактометра.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы продуктов;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- плитка электрическая с водяной баней;
- доски разделочные, ножи, пинцеты;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 150...400 см³;
- палочки стеклянные;
- колбы конические вместимостью 150–250 см³;
- воронки стеклянные или полимерные;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;
- спирт этиловый 96 %;
- вода дистиллированная;
- фильтровальная бумага или готовые складчатые фильтры;
- рефрактометр лабораторный ИРФ 454.

Подготовка пробы

Способ подготовки пробы к рефрактометрическому анализу зависит от её структуры и консистенции. Жидкие полуфабрикаты и продукты, не содержащие большого количества взвешенных частиц, используют для рефрактометрического анализа без разбавления.

Жидкие полуфабрикаты и продукты переработки растительного сырья со значительным содержанием взвешенных частиц, а также пюреобразные продукты и полуфабрикаты предварительно освобождают от взвесей посредством обработки на центрифуге. Допускается также отфильтровать пробу (жидкую) через несколько слоев марли или бумажный фильтр, при этом первые порции фильтрата отбрасывают, а остальное используют для проведения рефрактометрического анализа.

В случае анализа темноокрашенных и густых полуфабрикатов и продуктов, от которых трудно отделить жидкую фазу, их предварительно разбавляют дистиллированной водой (не более чем в два раза). При этом разбавленную водой измельченную навеску густого продукта (массой не менее 40 г) выдерживают на кипящей водяной бане не менее 15 минут, после чего смесь охлаждают, взвешивают и подвергают фильтрации.

Темноокрашенные жидкие продукты просто перемешивают с водой, фиксируя в тетради массу навески продукта и массу полученной на его основе смеси.

Замороженное сырьё и полуфабрикаты анализируют после их размораживания, удаления твердых частиц (при необходимости – косточки, семена и т. п.) и гомогенизации с жидкостью, выделившейся при оттаивании.

Сушеное сырьё предварительно режут на мелкие кусочки, удаляют твердые частицы (при необходимости), добавляют воду (в 5–10-кратном по массе отношении к навеске сырья) перемешивают, выдерживают на кипящей водяной бане до гомогенизации и фильтруют.

Для рефрактометрических исследований используют фильтрат подготовленного выше описанным способом образца продукта.

Подготовка рефрактометра к работе

Перед началом работы призмы рефрактометра протирают марлей или ватой, смоченной этиловым спиртом, сушат и проверяют установку нуля-пункта по дистиллированной воде при температуре $(20,0 \pm 0,1)$ °С согласно инструкции по эксплуатации прибора. Далее перед проведением каждого определения плоскости призм очищают дистиллированной водой или спиртом, протирают фильтровальной бумагой и сушат.

2–3 капли исследуемого раствора помещают на рабочую неподвижную призму рефрактометра и накрывают подвижной призмой. Хорошо осветив поле зрения, с помощью регулировочного винта переводят линию, разделяющую темное и светлое поле в окуляре, точно на перекрестье в окошке окуляра и считывают показания прибора. Проводят два параллельных определения.

Результаты измерения приводят к температуре 20 °С (пересчет осуществляют по ГОСТ ISO 2173–2013). При измерениях по шкале массовой доли са-

харозы применяют таблицу температурных поправок, приведенную в Приложении 1 ГОСТ ISO 2173–2013. Для проб с кислым рН значение показателя преломления дополнительно корректируют по найденному значению его титруемой кислотности.

По результатам определения массовой доли сухих веществ в анализируемом образце записать вывод о его соответствии требованиям стандарта.

Лабораторная работа 2. Рефрактометрическое определение массовой доли влаги в кондитерской помаде

Цель работы: приобретение практических навыков по интерпретации результатов рефрактометрического анализа полуфабрикатов и продукции кондитерского производства.

Порядок определения суммы сухих веществ в полуфабрикатах и готовой продукции кондитерского и безалкогольного производства регламентируется ГОСТ 5900–2014 «Изделия кондитерские. Методы определения влаги и сухих веществ».

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы кондитерских изделий;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 150...400 см³;
- палочки стеклянные;
- колбы конические вместимостью 150–250 см³;
- воронки стеклянные или полимерные;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;
- спирт этиловый 96 %;
- вода дистиллированная;
- фильтровальная бумага или готовые складчатые фильтры;
- рефрактометр лабораторный ИРФ 454.

Выполнение работы

- 1) На технических весах с точностью до 0,01 г взвесить стакан со стеклянной палочкой.
- 2) С такой же точностью взвесить в стакане 5 г помады.
- 3) В стакан добавить 5 см³ дистиллированной воды с температурой от 60 °С до 70 °С.
- 4) Растворить пробу в дистиллированной воде путем перемешивания стеклянной палочкой.
- 5) Стакан с раствором охладить до комнатной температуры.
- 6) На технических весах довести массу раствора в стакане до 10 г, внося необходимое количество дистиллированной воды и снова перемешав.

Отфильтровать полученный раствор.

7) Фильтрат раствора нанести на призму рефрактометра, предварительно установленного на ноль по дистиллированной воде.

8) Снять показания рефрактометра по шкале, градуированной по содержанию сухих веществ в растворе.

9) Рассчитать массовую долю влаги помады по формуле:

$$\omega = 100 - \frac{a \cdot m_1}{m},$$

где ω – массовая доля влаги помады, %;

a – содержание сухих веществ в растворе, %;

m_1 – масса раствора помады, г; m – масса навески помады, г.

В соответствии с требованиями действующих НТД:

- массовая доля влаги помадных и молочных корпусов перед глазированием должна быть не более 19,0 %;

- массовая доля влаги помадных и молочных конфет неглазированных должна быть не более 16,0 %.

По результатам выполненного анализа сделать заключение о соответствии анализируемого образца помады по массовой доле влаги требованиям действующих НД.

Лабораторная работа 3. Рефрактометрическое определение сухих веществ в напитках и сиропах

Цель работы: приобретение практических навыков по интерпретации результатов рефрактометрического анализа полуфабрикатов и продукции кондитерского и безалкогольного производства.

Порядок определения суммы сухих веществ в сиропах, жидких полуфабрикатах и готовой продукции кондитерского и безалкогольного производства регламентируется, соответственно, ГОСТ Р 50546–93 «Сироп из глюкозы. Определение содержания сухого вещества с использованием показателя преломления. Рефрактометрический метод», ГОСТ 6687.2–90 «Продукция безалкогольной промышленности. Методы определения сухих веществ».

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы кондитерских изделий;
- весы лабораторные общего назначения с допуском погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 150...400 см³;
- палочки стеклянные;
- колбы конические вместимостью 150–250 см³;
- воронки стеклянные или полимерные;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;

- спирт этиловый 96 %;
- вода дистиллированная;
- фильтровальная бумага или готовые складчатые фильтры;
- рефрактометр лабораторный ИРФ 454.

Выполнение работы

Метод основан на определении массовой доли сухих веществ по шкале рефрактометра при температуре 20 °С непосредственно растворов сахарозы (для белых сахарных сиропов, с использованием шкалы рефрактометра, градуированной по сахарозе) или после проведения в пробе продукции полной инверсии (подходит и для плодово-ягодных сиропов, в которых инверсия осуществляется собственными кислотами сырья).

1) Перед испытанием призмы рефрактометра протирают раствором этилового спирта и юстируют шкалу прибора согласно инструкции: проверяют соответствие «0» точки рефрактометра и показателя преломления (1,333) по дистиллированной воде.

2) Сиропы, концентрат квасного сусла, концентраты и экстракты квасов, колер перед испытанием разбавляют дистиллированной водой в соотношении 1:4 по массе (5-кратное разведение). Для этого в стеклянном или полимерном химическом стакане вместимостью 250...500 см³ взвешивают из объединенной пробы 40,00 г продукта. Не снимая стакана с весов, доводят его содержимое дистиллированной водой до общей массы 200,00 г и тщательно перемешивают до полного растворения навески.

Концентраты растворяют в дистиллированной воде согласно утвержденной рецептуре.

Газированные напитки перед проведением анализа дегазируют.

При необходимости проводят полную инверсию сахара в пробе.

3) Перед проведением анализа подготовленную пробу фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

4) На нижнюю призму рефрактометра наносят стеклянной палочкой 2–3 капли анализируемой пробы. Верхнюю часть призмы опускают, плотно прикладывают к нижней неподвижной части призмы и проводят отсчет по шкале рефрактометра.

При отсчете показаний прибора необходимо отмечать температуру, при которой проводят испытания. Если температура отличается от 20 °С, вносят соответствующую поправку в соответствии с приложением Б.

5) За результат испытания – массовую долю сухих веществ (в %) – принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округляя его до первого десятичного знака.

Массовую долю сухих веществ (в %) в сиропах, концентрате квасного сусла, колере, концентрате или экстракте кваса получают умножением полученного значения, с учетом поправки на температуру, на фактор разведения (5). Массовую долю сухих веществ в напитках на сорбите и ксилите получают умножением результатов испытания на коэффициент 1,20.

По результатам выполненного анализа делают заключение о соответствии анализируемого образца по массовой доле сухих веществ требованиям действующих НД или отраслевым требованиям (для полуфабрикатов).

Лабораторная работа 4. Рефрактометрическое определение сахара в пищевых концентратах

Цель работы: приобретение практических навыков по интерпретации результатов рефрактометрических исследований

Метод имеет отношение к разновидностям пищевых концентратов, рецептура которых может включать добавленный сахар: сухие смеси для детского питания, концентраты киселей и сладких блюд, сухие полуфабрикаты мучных кондитерских изделий с включением сахара-песка или сахарной пудры.

Методика регламентирована ГОСТ 15113.6–77 «Концентраты пищевые. Методы определения сахарозы».

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы пищевых концентратов с добавлением сахара;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 150...250 см³;
- колбы мерные вместимостью 100 см³;
- воронки стеклянные или полимерные;
- пипетки;
- фильтровальная бумага или готовые складчатые фильтры;
- раствор уксусной кислоты 70 %;
- спирт этиловый 96 %;
- вода дистиллированная;
- рефрактометр лабораторный ИРФ 454.

Выполнение работы

Для определения массовой доли сахарозы взвесьте 10 г сухого концентрата с погрешностью не более 0,01 г. Взвешенную пробу пересыпьте в мерную колбу вместимостью 100 см³, прилейте 50 см³ дистиллированной воды и в течение 15...20 минут периодически перемешивайте. В случае исследования смеси с добавлением сухого молока добавьте к содержимому колбы 0,5...0,6 см³ 70 % раствора уксусной кислоты. После этого доведите содержимое колбы дистиллированной водой до метки. Полученную смесь перемешайте и отфильтруйте через складчатый фильтр в сухой стакан ёмкостью 150...250 см³.

1–2 капли полученного фильтрата нанесите пипеткой на призму рефрактометра и определите показатель преломления по шкале прибора. Проведите определение показателя преломления 2–3 раза.

Массовую долю сахарозы (C , %) рассчитывают по формуле:

$$C = (H_1 - H) \cdot 10000 \cdot k ,$$

где H_1 – показатель преломления водной вытяжки анализируемой сухой детской смеси при температуре определения;

H – показатель преломления дистиллированной воды при температуре определения;

$10000 \cdot k$ – коэффициент пересчёта показателя преломления на процентное содержание сахарозы в сухой детской смеси. Согласно ГОСТ 15113.6-77, при рецептурной закладке сахара 18 % принимается $k=0,2500$; при закладке сахара 25 % $k = 0,2770$.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01 %, после чего необходимо оформить в тетради заключение о содержании сахара в исследуемом продукте.

Лабораторная работа 5. Рефрактометрическое определение воды в пчелином мёде

Цель работы: закрепление практических навыков по интерпретации результатов рефрактометрического анализа сырья для кондитерского производства.

Разбавление мёда водой или сахарным сиропом является одним из основных способов его фальсификации., поэтому выявление присутствия воды позволяет избежать использования недоброкачественного сырья, непригодного к хранению (присутствие избытка влаги провоцирует брожение). Стандартным считается мёд с содержанием воды не более 20 %.

Порядок рефрактометрического определения массовой доли влаги в пчелином мёде регламентируется ГОСТ 31774–2012 «Мёд. Рефрактометрический метод определения воды». Метод основан на зависимости показателя преломления мёда от содержания в нём воды.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы пчелиного мёда;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- плитка электрическая с водяной баней;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 250...500 см³;
- сита лабораторные из капроновой или металлической сетки с диаметром отверстий 0,5 мм;
- шпатели;
- пробирки стеклянные;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;
- фильтровальная бумага или готовые складчатые фильтры;
- спирт этиловый 96 %;
- вода дистиллированная;
- рефрактометр лабораторный ИРФ 454.

Выполнение работы

Для проведения анализа используют незакристаллизованный мёд. Закристаллизовавшийся мёд предварительно размягчают на водяной бане при температуре не более 40 °С и процеживают или продавливают шпателем через сито.

Анализируемую пробу мёда тщательно перемешивают не менее 3 минут, не допуская активного попадания воздуха в массу мёда. Затем точную навеску (3 г) мёда помещают в стеклянную пробирку, плотно закрывают резиновой пробкой и выдерживают на водяной бане при температуре (60,0±0,2) °С до полного растворения кристаллов. Затем пробирку вынимают из водяной бани и охлаждают до комнатной температуры, не открывая пробирку. Воду, сконденсировавшуюся на внутренней поверхности стенок пробирки, тщательно перемешивают с мёдом.

На чистую и сухую поверхность измерительной рефрактометрической призмы осторожно, не касаясь призмы, наносят ровный слой отфильтрованного и прогретого мёда, опускают осветительную призму и прижимают её.

Ровно через 2 минуты определяют показатель преломления. Отмечают температуру, при которой проводят измерение. Для каждого образца мёда делают не менее двух измерений показателя преломления.

Массовую долю воды в мёде определяют с учётом найденного значения показателя преломления по таблице 1.

Таблица 1 – Зависимость массовой доли воды в пчелином мёде (W) от значения показателя преломления (μ_D)

μ_D	$W, \%$	μ_D	$W, \%$	μ_D	$W, \%$
1	2	3	4	5	6
1.5044	13.0	1.4935	17.2	1.4630	21.4
1.5038	13.2	1.4930	17.4	1.4625	21.6
1.5033	13.4	1.4925	17.6	1.4620	21.8
1.5028	13.6	1.4920	17.8	1.461 S	22.0
1.5023	13.8	1.4915	16.0	1.4810	22.2
1.5018	14.0	1.4910	16.2	1.4605	22.4
1.5012	14.2	1.4905	16.4	1.4800	22.6
1.5007	14.4	1.4900	16.6	1.4795	22.8
1.5002	14.6	1.4895	16.8	1.4790	23.0
1.4997	14.8	1.4890	19.0	1.4785	23.2
1.4992	15.0	1.4885	19.2	1.4780	23.4
1.4987	15.2	1.4880	19.4	1.4775	23.6
1.4982	15.4	1.4875	19.6	1.4770	23.8
1.4976	15.6	1.4870	19.8	1.4765	24.0
1.4971	15.8	1.4865	20.0	1.4760	24.2
1.4966	16.0	1.4860	20.2	1.4755	24.4
1.4961	16.2	1.4855	20.4	1.4750	24.6
1.4956	16.4	1.4850	20.6	1.4745	24.8

Окончание таблицы 1

1	2	3	4	5	6
1.4950	16.6	1.4845	20.8	1.4740	25.0
1.4946	16.8	1.4840	21.0		
1.4940	17.0	1.4835	21.2		

Примечание: μ_D – значение показателя преломления при 20 °С.

Если определения проводят при температуре ниже или выше 20 °С, то вводят поправку на каждый 1 °С: для температур выше 20 °С прибавляют к найденному значению показателя преломления 0,00023; для температур ниже 20 °С вычитают из показателя преломления 0,00023, соответственно, на каждый 1 °С.

По результатам выполнения работы оформляют заключение в тетради о соответствии анализируемых образцов мёда требованиям ГОСТ 19792–2017 «Мёд натуральный. Технические условия».

Лабораторная работа 6. Рефрактометрическое определение жира в сырье и продукции кондитерского производства

Цель работы: закрепление практических навыков по интерпретации результатов рефрактометрического анализа полуфабрикатов и продукции кондитерского производства.

Порядок определения массовой доли жира в сырье и продукции кондитерского производства регламентируется ГОСТ 31902–2012 «Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли жира». В основу метода положено извлечение жира из навески изделия растворителем α -бромнафталином или α -хлорнафталином с последующим расчетом массовой доли жира в анализируемой пробе хлебобулочного или кондитерского изделия по разности коэффициентов преломления чистого растворителя и раствора жира в растворителе.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы кондитерских или сдобных хлебобулочных изделий;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 250...500 см³;
- α -бромнафталин или α -хлорнафталин, х.ч.;
- бюксы;
- колбы конические вместимостью 150–250 см³;
- воронки стеклянные или полимерные;
- пикнометры;
- пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5 и 20 см³;
- груши резиновые;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;

- ступки с пестиком;
- фильтровальная бумага или готовые складчатые фильтры;
- спирт этиловый 96 %;
- вода дистиллированная;
- шкаф сушильный электрический СЭШ-1;
- рефрактометр лабораторный РФ 454.

Выполнение работы

1) Подготовка к работе

Из лабораторного образца выделяют не менее 100 г продукта. В изделиях, у которых мякиш отграничен и легко отделяется от корки, например, хлеб, булочки, сдоба (за исключением слойки), анализируют только мякиш. В остальных изделиях (баранки, сухари и т. п.) анализируют весь образец (с коркой).

Из изделий удаляют все включения (повидло, варенье, изюм и пр.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром, маком и пр.). После удаления корки и включений изделия тщательно измельчают и перемешивают.

Одновременно с определением содержания жира отбирают пробу продукта для определения влажности.

Коэффициент преломления α -бромнафталина определяют при температуре 20 °С, нанося 1–2 капли α -бромнафталина на призму рефрактометра.

Далее определяют плотность α -бромнафталина ρ (в г/см³) при 20 °С с помощью пикнометра, рассчитывая фактическую плотность по формуле:

$$\rho = m/q,$$

где m – масса α -бромнафталина, г;

q – водное число пикнометра, г.

Пикнометр взвешивают с погрешностью не более 0,005 г. Расхождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,015 г.

Пипетку вместимостью 2–5 см³ калибруют по растворителю, отмеривая ею соответствующий объем растворителя в стаканчик и взвешивая его в стаканчике с погрешностью не более 0,005 г. Расхождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,015 г.

Из трех взвешиваний берут среднее арифметическое и вычисляют объем пипетки (V) в см³ по формуле:

$$V = m / \rho,$$

где m – масса α -бромнафталина, соответствующая объему взятой пипетки, г;

ρ – плотность растворителя при температуре 20 °С, г/см³.

2) Проведение анализа

Хорошо измельченную навеску продукта точной массой (2±0,2) г взвешивают с погрешностью не более 0,05 г и помещают в маленькую ступку. В ступку с пробой приливают точно 4 см³ α -бромнафталина, который набирается калиброванной пипеткой с помощью груши.

Все содержимое ступки энергично растирают в течение 3 минут. Смесь переносят из ступки на маленький складчатый фильтр. Первые 2–3 капли

фильтрата отбрасывают, а последующий фильтрат в количестве 2–3 капель помещают на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления смеси.

Определение коэффициента преломления проводят при температуре $20 \pm 0,2$ °С или при любой комнатной температуре. В последнем случае показатель преломления раствора приводят к температуре 20 °С путем внесения соответствующей поправки.

3) Обработка результатов.

Массовую долю жира в анализируемом образце рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{V_p \cdot \rho_{ж}}{m} \cdot \frac{(P_p - P_{рж}) \cdot 100}{P_{рж} - P_{ж}} \cdot \frac{100}{100 - W},$$

где V_p – объем растворителя, взятый для извлечения жира, см³;

$\rho_{ж}$ – относительная плотность жира при 20 °С, г/см³;

m – масса продукта, г;

P_p – коэффициент преломления растворителя;

$P_{рж}$ – коэффициент преломления раствора жира в растворителе;

$P_{ж}$ – коэффициент преломления жира;

W – массовая доля влаги в испытуемом продукте, %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

При расчетах содержания жира пользуются показателями преломления и плотности жиров, указанными в таблице 2.

Таблица 2 – Справочные величины показателей преломления и плотности жиров

Наименование жира	Коэффициент преломления	Плотность
Подсолнечное масло	1,4736	0,924
Коровье масло	1,4605	0,920
Маргарин	1,4690	0,928
Горчичное масло	1,4769	0,918
Кондитерский жир	1,4674	0,928

По результатам выполнения работы следует оформить в тетради заключение о соответствии исследуемой пробы по массовой доле жира требованиям действующих НТД.

Вопросы для самоконтроля по теме «Рефрактометрические исследования»

1. Дать определение понятию «рефрактометрия».
2. Что представляет собой показатель преломления? Как его можно рассчитать?
3. Что называют углом полного внутреннего отражения и предельным углом падения?
4. Объясните принцип работы на рефрактометре.
5. На чем основан принцип измерений концентрации веществ в пробе рефрактометрическим методом?
6. Каким образом можно интерпретировать значение показателя преломления в массовую долю сухих веществ?
7. От каких факторов зависит точность измерений на рефрактометре?
8. Какие нормативные документы определяют порядок определения сухих веществ в продуктах переработки плодово-ягодного сырья?
9. В чём состоит принцип определения рефрактометрическим методом массовой доли влаги?
10. Оцените преимущества и недостатки метода рефрактометрии при использовании данного метода для исследований продуктов переработки растительного сырья.
11. Как определить содержание суммы сухих веществ в пастообразных и темноокрашенных продуктах?
12. В чем заключается подготовка пробы растительного сырья и продуктов для проведения рефрактометрического анализа? Приведите примеры.
13. Поясните графически, в чем состоит основное отличие преломления луча света от его отражения.
14. Какие показатели, в каких объектах можно определять рефрактометрическим методом?
15. В чем состоит подготовка рефрактометра к проведению рефрактометрического исследования?
16. Какое значение имеет растворитель при проведении рефрактометрических исследований? Приведите примеры.
17. Какие причины могут привести к ошибке при проведении рефрактометрических исследований?
18. Объясните устройство и принцип работы лабораторного рефрактометра.
19. От каких факторов зависит достоверность результатов рефрактометрических измерений?
20. С какой целью проводится контроль юстировки прибора? В чём он заключается?

3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

К фотометрическим методам относят методы, основанные на измерении поглощения света определяемым веществом в видимой, ультрафиолетовой и инфракрасной областях спектра, – колориметрию, фотоколориметрию и спектрофотометрию.

В зависимости от способа измерения светопоглощения, различают следующие методы:

- **колориметрия** – метод, основанный на визуальном сравнении интенсивности окраски по отношению к стандарту;

- **фотоколориметрия** – метод, основанный на измерении светопоглощения светоэлемента со светофильтром, это – исследование немонахроматического света (узкий диапазон волн);

- **спектрофотометрия** – метод, основанный на поглощении монохроматического света (соответствующего конкретной длине волны).

Все фотометрические методы основаны на избирательной способности различных веществ и их растворов поглощать световой поток (рисунок б) и подчиняются закону Бугера-Ламберта-Бера: поглощение света пропорционально концентрации поглощающего вещества и толщине поглощающего слоя.

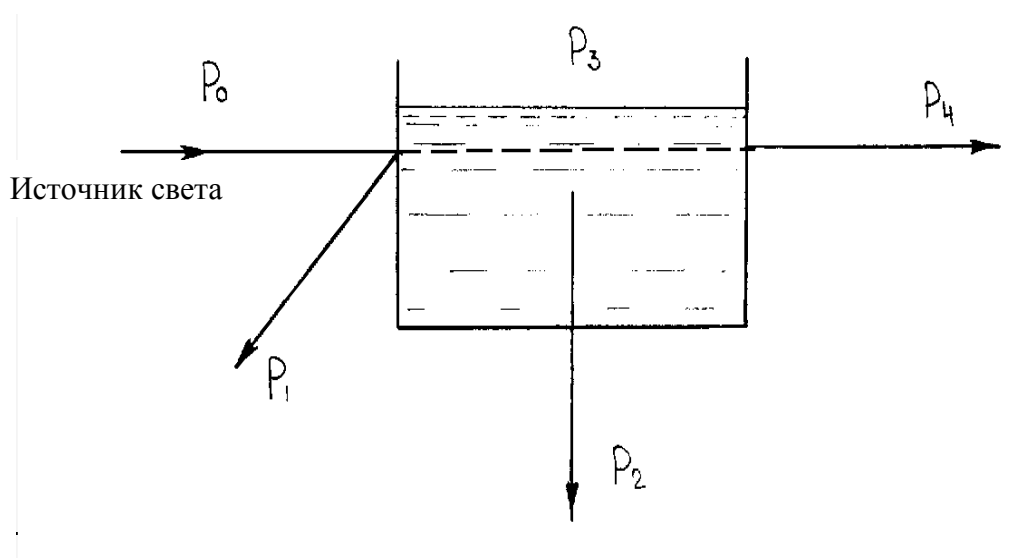


Рисунок б – Схема прохождения светового потока через кювету с раствором:

P – интенсивность: P_0 – падающего излучения, P_1 – отраженного излучения,

P_2 – рассеянного излучения, P_3 – поглощенного излучения,

P_4 – проходящего через окрашенный раствор излучения

Важнейшая интерпретация этого закона: поглощение света пропорционально концентрации поглощающего вещества C и толщине поглощающего слоя l . Соотношение $I_d/I_0 = \tau$ называется *пропусканием* или прозрачностью раствора, измеряется в %. Данный закон соблюдается только для растворов низких концентраций, в концентрированных растворах он не соблюдается из-за влияния межмолекулярных взаимодействий.

В зависимости от способа измерения светопоглощения, различают несколько методов фотометрического анализа:

1) визуальное сравнение интенсивности окраски по отношению к известному стандарту называют *визуальной колориметрией*;

2) если для измерения светопоглощения применяют светоэлемент со светофильтром, то прибор называют фотометром или фотоэлектроколориметром (ФЭК), а метод анализа – *фотоколориметрическим*. Этот метод основан на анализе немонахроматического света;

3) метод, основанный на поглощении монохроматического света, называется *спектрофотометрическим*, прибор – спектрофотометр.

При выборе фотометрического анализа для идентификации и количественного анализа сырья, полуфабрикатов и готовых продуктов основываются на соблюдении следующих обязательных условий:

- наличие у вещества фотометрической реакции (окраски),
- выбор аналитической длины волны.
- выбор толщины поглощающего слоя (размера кюветы),
- использование компенсационного раствора (раствор сравнения).

Спектрофотометрия – один из наиболее точных фотометрических методов, однако в практике лабораторного исследования продуктов переработки растительного сырья – растительных масел, соков и некоторых других – большее распространение получила фотоколориметрия.

При исполнении фотометрического анализа определяемое вещество переводят в окрашенное соединение, после чего измеряют светопоглощение раствора. Анализ проводят по поглощению монохроматического света, используя рабочие диапазоны измерений светофильтров фотоколориметров (таблица 3).

Таблица 3 – Таблица рабочих диапазонов измерений светофильтров фотоколориметров

Цвет светофильтра	Длина волны, нм	Наблюдаемый цвет раствора
Фиолетовый	380–420	Желто-зеленый
Фиолетово-синий	420–440	Желтый
Синий	440–470	
Зеленовато-синий	470–490	Оранжевый
Сине-зеленый	490–500	Красный
Зеленый	500–520	Красно-пурпурный
	520–540	Пурпурный
Желто-зеленый	540–550	Фиолетовый
Желтый	550–560	Фиолетово-синий
Желто-оранжевый	560–595	Синий
Оранжевый	595–605	Голубой, зеленовато-синий
Красный	605–680	Сине-зеленый
Пурпурный	680–760	Зеленый

Фотоколориметры – приборы для измерения величин поглощения или пропускания фотоэлектрическим способом. Для оценки интенсивности оптического излучения используют одно- и двухлучевые фотоэлектрические колориметры (ФЭК, КФК, рисунок 7) и кварцевые кюветы, расстояние между гранями которых соответствует толщине слоя анализируемой жидкости (рисунок 8).

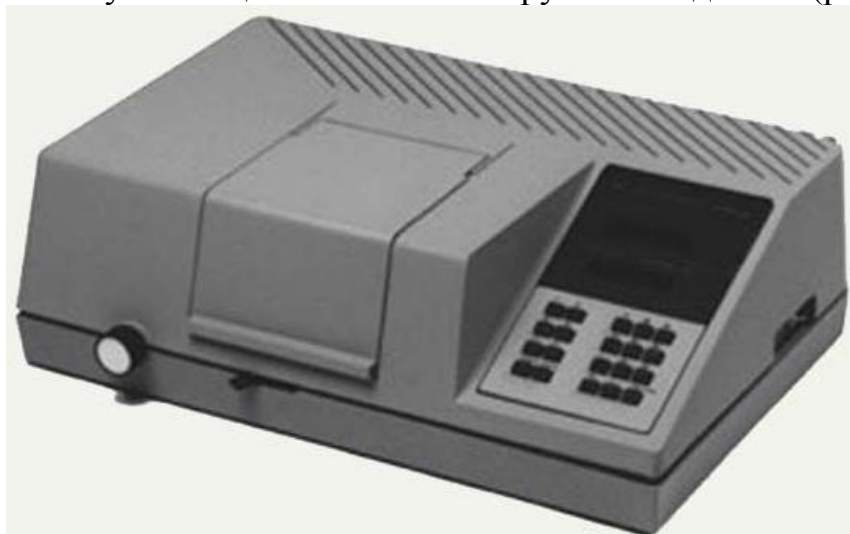


Рисунок 7 – Фотоколориметр лабораторный КФК-3



Рисунок 8 – Кюветы для фотометрии

Мера поглощения света растворами называется их оптической плотностью. *Оптическая плотность D* (она же – *экстинция E* или *поглощательная способность A*) равна логарифму отношения интенсивности падающего на раствор потока света к интенсивности потока света, прошедшего через раствор. Оптическая плотность растворов прямо пропорциональна концентрации растворенного вещества при постоянной толщине оптического слоя:

$$D = k \cdot C.$$

При одинаковой окраске растворов толщина наблюдаемых слоев обратно пропорциональна концентрации растворов.

Фотометрические методы анализа используют для определения концентрации редуцирующих веществ, общего сахара, спирта, цветности патоки,

качества красителей, содержания некоторых тяжелых металлов. В частности, фотометрический метод заложен как основной метод анализа в стандарты по определению цветности сахара, концентрации солей металлов в воде питьевого и технологического назначения, суммы каротиноидов, цвета томатопродуктов, фосфорсодержащих веществ (фосфолипидов) в растительных маслах и ряде других.

Основные способы обработки данных в фотометрии:

- *графический* (метод калибровочного графика);

- *метод добавок*. Применяется для очень разбавленных растворов;

- *метод дифференциальной фотометрии*. В обычной фотометрии сравнивается интенсивность света, прошедшего через анализируемый раствор неизвестной концентрации, с интенсивностью света, прошедшего через растворитель. В дифференциальной фотометрии второй луч света проходит не через растворитель, а через окрашенный раствор известной концентрации – так называемый раствор сравнения;

- *фотометрическое титрование*. Основано на регистрации изменения светопоглощения анализируемого раствора по мере добавления титранта. По результатам титрования строят кривую $A = f(V_t)$.

При проведении любых фотометрических исследований необходимо учитывать вероятные причины отклонения от основного закона светопоглощения:

- *инструментальные*. Несоблюдение условий монохроматизации света при проведении испытаний;

- *причины химического взаимодействия*. В результате химической реакции могут быть побочные процессы (реакция с растворителем, ассоциация, гидролиз, комплексообразование и т.д.) или реакция с другими компонентами. Чтобы исключить мешающее влияние этих процессов, необходимо выполнять условия определения и знать кинетику реакции.

Наиболее близким к фотометрическому методу по способу выполнения является *нефелометрический метод*, основанный на измерении интенсивности светового потока, рассеянного находящимися в растворе твердыми частицами.

Лабораторная работа 1. Анализ цвета продуктов переработки плодоовощного сырья

Цель работы: приобретение практических навыков по фотометрическому анализу продуктов переработки растительного сырья.

Экспериментальная часть предусматривает визуальное и фотометрическое определение концентрации различных соков.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы соков или других напитков;

- пипетки мерные вместимостью 5 и 10 см³;

- пробирки стеклянные;

- мерные или конические колбы вместимостью 100–150 см³;

- вода дистиллированная;
- спирт этиловый 95–96 %;
- бумага фильтровальная;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм.

Выполнение работы

1) Определение концентрации сока визуальной колориметрией

В качестве исследуемого раствора можно использовать овощные, плодово-ягодные и плодовоовощные соки (облепиховый, свекольный, морковный и т.д.), красное вино, винные напитки.

Перед проведением исследования готовят серию стандартных растворов с возрастающей фиксированной концентрацией сока или другого напитка. С этой целью исходный сок разбавляют дистиллированной водой в соотношении сок / вода:

- 1–3 / 27 см³ (10 % сок);
- 2–6 / 24 см³ (20 % сок);
- 3–9 / 21 см³ (30 % сок);
- 4–12 / 18 см³ (40 % сок);
- 5–15 / 15 см³ (50 % сок);
- 6–18 / 12 см³ (60 % сок);
- 7–21 / 9 см³ (70 % сок);
- 8–24 / 6 см³ (80 % сок);
- 9–27 / 3 см³ (90 % сок);
- 0–30 / 0 см³ (100 % сок).

Эти стандартные растворы разливают в пробирки одинакового диаметра.

Исследуемый раствор сока наливают в пробирку или мерную колбу такого же диаметра и сравнивают его окраску с окраской серий стандартов. Концентрация исследуемого раствора сока будет соответствовать концентрации того стандартного раствора, окраска которого совпадает с окраской исследуемого образца.

Результаты исследования записывают в таблицу 5.

2) Фотометрическое определение концентрации сока

При фотометрическом определении концентрации сока необходимо построить градуировочную кривую для каждого вида сока. В дальнейшем по этой градуировочной кривой определяют концентрации исследуемого сока.

Для построения кривой готовят ряд последовательных разведений, аналогичных как при определении концентрации сока визуальной колориметрией. Объем каждого разведения должен составлять 30 см³. Для этого используют мерные пипетки и мерные или конические колбы вместимостью 100–150 см³.

Для исследований используют кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм и зелёный светофильтр (длина волны 540 нм).

В качестве раствора сравнения используется дистиллированная вода.

Подготовленные разведения сока аккуратно взбалтывают и наливают в одну из кювет фотоэлектроколориметра до метки. Во вторую кювету наливают дистиллированную воду (контроль), по которой устанавливают нулевую отметку прибора. Отсчет проводится по шкале оптической плотности.

Для получения точных результатов оптическую плотность определяют в течение 5 с. При более длительном проведении анализа все включения, входящие в состав сока, оседают и приводят к изменению оптической плотности, внося ошибку в определение.

Определение проводят не менее чем в двух повторностях. Результаты определения оформляют по примеру таблицы 4.

Таблица 4 – Результаты определения оптической плотности сока

Концентрация сока, %	Оптическая плотность		
	1-е определение	2-е определение	среднее
10			
20			
30			
40			
50			
60			
70			
80			
90			
100			
Анализируемый сок			

3) Обработка результатов исследования

На основании полученных данных строят градуировочный график, с осями: ось абсцисс – концентрация сока C , %; ось ординат – оптическая плотность D (рисунок 9). Градуировочные графики в фотометрии представляют собой прямые линии, проходящие через начало координат.

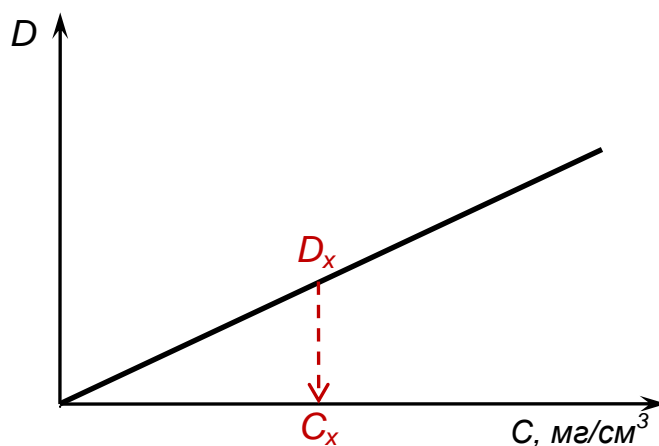


Рисунок 9 – Пример градуировочного графика

Полученный градуировочный график используют для определения концентрации анализируемого сока методом экстраполяции ($D_x \rightarrow C_x$).

Результаты исследования вносят в таблицу 5.

Таблица 5 – Экспериментальные данные определения концентрации анализируемого сока

Метод определения	Концентрация сока, %
Визуальная колориметрия	
Фотометрическое определение	

На основании полученных результатов формулируют вывод, в котором дают сравнительную оценку (достоинства / недостатки) используемым методам определения концентрации сока.

Лабораторная работа 2. Определение содержания в воде железа

Цель работы: приобретение практических навыков по определению содержания в воде питьевого и технологического назначения растворимых солей железа.

Многообразие солей железа, встречающихся в воде, можно разбить на два типа:

а) органические и минеральные комплексные соединения, соединения с производными фульво- и гуминовых кислот, коллоидные и тонкодисперсные взвеси железа (III);

б) растворённые карбонаты, сульфаты и сульфиды железа (II).

Железо присутствует в сырье и готовых продуктах в микроколичествах, но его влияние на качество продукции значительно. Основная часть железа переходит в продукт из воды, что ухудшает вкус и цвет полуфабрикатов и готовой продукции, влияет на скорость ферментативных процессов.

Стандартная методика контроля содержания железа в воде основана на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой до образования окрашенного в жёлтый цвет комплекса. Суть метода заключается в построении по стандартным растворам градуировочного графика, который в дальнейшем используется для определения содержания железа в анализируемой пробе.

Оборудование, посуда и реактивы:

- пробы воды из системы городского водоснабжения и природных источников;
- плитка электрическая;
- рабочий стандартный раствор железоаммонийных квасцов;
- 2М раствор хлористого аммония;
- 20 % раствор сульфосалициловой кислоты (если нет сульфосалициловой кислоты, реактив можно приготовить следующим способом: к точной навеске

(20 г) сухой салициловой кислоты добавить 20 см³ концентрированной серной кислоты. Постепенно смесь нагреть до 100 °С – образуются кристаллы сульфосалициловой кислоты. Охладив реактив, разводят его водой до объема точно 150 см³, получается 20 % раствор сульфосалициловой кислоты.);

- аммиак, раствор с массовой долей 10 %;
- кислота соляная конц.;
- вода дистиллированная;
- пипетки мерные вместимостью 1, 2 и 10 см³;
- груши резиновые;
- пробирки стеклянные;
- цилиндры мерные с диапазоном измерения 50–100 см³;
- колбы мерные вместимостью 100 см³;
- колбы конические вместимостью 250...300 см³;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;
- бумага индикаторная универсальная;
- бумага фильтровальная;
- спирт этиловый 95–96 %;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 10 и 20 мм.

Выполнение работы

1) Приготовление стандартных растворов для построения градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью 100 см³ наливают:

I вариант 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0 и 15,0 см³ рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов, добавляют 60 см³ дистиллированной воды, 2 см³ 2М раствора хлористого аммония, 2 см³ 20 % раствора сульфосалициловой кислоты и 2 см³ раствора аммиака;

II вариант 0,0; 2,0; 4,0; 10,0; 14,0; 20,0 и 30,0 см³ рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов, добавляют 60 см³ дистиллированной воды, 2 см³ 2М раствора хлористого аммония, 2 см³ 20 % раствора сульфосалициловой кислоты и 2 см³ раствора аммиака.

Полученные растворы тщательно перемешивают после добавления каждого реактива. По индикаторной бумаге определяют значение рН, которое должно быть не менее 9. Если величина рН менее 9, то добавляют ещё 1–2 капли раствора аммиака до достижения рН ≥ 9. После этого объём растворов в мерных колбах доводят до метки дистиллированной водой и оставляют стоять 5 минут для развития окраски.

2) Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика на фотоэлектроколориметре измеряют оптическую плотность окрашенных растворов, используя фиолетовый светофильтр с длиной волны 440 нм и кюветы с толщиной оптического слоя:

I вариант – 20 мм,

II вариант – 10 мм.

При этом полученная шкала растворов будет соответствовать массовым концентрациям железа:

I вариант – 0,0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,35; 0,5 и 0,75 мг/дм³,

II вариант – 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 0,7; 1,0 и 1,5 мг/дм³.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности D (см. рисунок 9).

3) Определение содержания железа в анализируемой пробе воды

При массовой концентрации общего железа не более 2,00 мг/дм³ отбирают 100 см³ анализируемой воды, помещают в коническую колбу вместимостью 250...300 см³ и добавляют 0,5 см³ концентрированного раствора соляной кислоты.

Пробу воды нагревают до кипения и упаривают до объёма примерно 70 см³, затем охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивая коническую колбу 1–2 раза по 5 см³ дистиллированной водой, – эти порции сливают в ту же мерную колбу. Затем к полученному раствору добавляют те же количества реактивов, что и к стандартным растворам железоммонийных квасцов, оставляют колбу на 5 минут для развития окраски раствора и определяют оптическую плотность пробы.

Массовую концентрацию железа в анализируемой пробе C_{Fe} (мг/дм³) определяют по построенному градуировочному графику. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты определения железа в анализируемой пробе воды записать в тетради и сделать заключение о соответствии пробы требованиям действующих НТД по содержанию железа.

Лабораторная работа 3. Контроль цвета томатопродуктов

Цель работы – приобретение практических навыков определения суммы каротиноидов фотоколориметрическим методом.

При определении концентрации суммы каротиноидов или показателя «Цвет томатопродуктов» методика фотоколориметрического анализа базируется на измерении оптической плотности водно-спиртовой вытяжки из каротинсодержащих продуктов переработки растительного сырья, на лабораторном фотоколориметре модели КФК-2 или КФК-3, предварительно градуированном по стандартизированной йодной шкале.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы томатопродуктов (пюре, пасты);
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- раствор йода с концентрацией 10 г/дм³;

- вода дистиллированная;
- спирт этиловый 95–96 %;
- пипетки мерные вместимостью 2, 5 и 10 см³;
- груши резиновые;
- колбы мерные вместимостью 100 см³;
- цилиндры мерные с диапазоном измерения 25–50 см³;
- стаканы химические стеклянные или полимерные вместимостью 250...300 см³;
- бумага фильтровальная;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 5, 10 и 20 мм.

Выполнение работы

Перед проведением анализа необходимо ознакомиться с действующими НД, регламентирующими нормативное содержание каротиноидов в продуктах переработки растительного сырья – ГОСТ 3343-2017, Приложение А, в части требований к показателю «Цвет» концентрированных томатопродуктов (нормы показателя для разных категорий томатопродуктов).

1) Построение градуировочного графика

Основной раствор йода с концентрацией 10 г/дм³ готовят заранее, его хранят в темной склянке не более 3 месяцев. Для этого навеску возогнанного йода массой 1,000 г растворяют в насыщенном растворе йодистого калия, приготовленном из 2,000 г йодистого калия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Рабочий раствор йода с концентрацией 1 мг/см³ готовят следующим образом. 10 см³ основного раствора йода, взятого с помощью пипетки, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки. Раствор хранят не более 1 суток.

Растворы йода для градуировки фотоколориметра с концентрацией йода 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10; 0,12; 0,14; 0,16 и 0,18 мг/см³ готовят следующим образом. В мерные колбы пипеткой вносят соответственно 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 и 18,0 см³ рабочего раствора и добавляют воду до объема 100 см³. Градуировочные растворы хранят не более 12 ч!

Приготовленные градуировочные растворы используют для определения оптической плотности и построения графика.

При работе на фотоколориметре использовать синий светофильтр, обеспечивающий максимум пропускания в пределах от 400 до 420 нм. Для измерения оптической плотности растворов использовать кюветы с расстоянием между гранями 5, 10 и 20 мм. В качестве раствора сравнения использовать дистиллированную воду.

По результатам измерений следует построить три градуировочных графика (для разных кювет) зависимости оптической плотности растворов от концентрации йода, в мг/см³ (см. рисунок 9). При построении графиков использовать среднеарифметическое результатов трех параллельных определений.

2) Подготовка проб томатопродуктов

Для каждого анализируемого томатопродукта необходимо подготовить по 2–3 независимые пробы. С этой целью делают водно-спиртовую вытяжку продукта с содержанием в ней 2,5 % растворимых сухих веществ.

Для этого навеску продукта массой 10,0 г помещают в стакан, добавляют спирт и дистиллированную воду, массу которых рассчитывают по формулам:

$$m_1 = 0,195 \cdot A \cdot m_3$$
$$m_2 = 0,205 \cdot A \cdot m_3 - m_3$$

где m_1 – масса спирта, г;

m_2 – масса воды, г;

m_3 – масса навески продукта, %;

A – массовая доля растворимых сухих веществ в исследуемом томатопродукте.

Содержимое каждого стакана перемешивают и настаивают в течение 30 минут при периодическом взбалтывании, после чего отфильтровывают.

Для фильтрата каждой водно-спиртовой вытяжки томатопродуктов определяют оптическую плотность с использованием того же светофильтра и кювет на 5 или 10 мм, в зависимости от интенсивности окраски растворов.

В качестве раствора сравнения во вторую кювету залить водно-спиртовую смесь в соотношении 1:1 (по массе).

По результатам проведения исследований обработать результаты измерений каждого из параллельных проб образцов томатопродуктов по калибровочному графику, выразив значение определяемого показателя в мг/см³.

За окончательный результат для каждого из анализируемых образцов томатопродуктов следует принять среднее арифметическое значение, полученное расчетным путем по данным 2–3 параллельных определений.

Записать в тетрадь заключение о полученном содержании суммы каротиноидов в анализируемых томатопродуктах.

Лабораторная работа 4. Определение содержания фосфолипидов в растительных маслах

Цель работы: приобретение практических навыков по интерпретации результатов фотометрического анализа продуктов переработки растительного сырья.

Определение содержания фосфолипидов в растительных маслах регламентируется ГОСТ 31753–2012 «Масла растительные. Методы определения фосфорсодержащих веществ». Метод позволяет определить содержание фосфора в диапазоне измерений от 2,0 до 2300 мг/кг (массовую долю фосфорсодержащих веществ в пересчете на стеароолеолецитин – от 0,005 % до 6,0 %, в пересчете на оксид фосфора (P₂O₅) – от 0,0005 % до 0,53 %). Метод основан на переводе фосфора, входящего в состав фосфолипидов растительных масел, в

водорастворимое состояние путем озоления и последующем его определении фотометрическим методом по голубому молибденовому комплексу.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы растительных масел;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- основной раствор фосфора с концентрацией 100 мкг/см^3 ;
- 1 М раствор серной кислоты;
- реагент молибденовый по ГОСТ 31753–2012;
- магнезия оксид х. ч.;
- вода дистиллированная;
- пипетки мерные вместимостью 1, 5 и 10 см^3 ;
- груши резиновые;
- колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3 ;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения $0-100 \text{ }^\circ\text{C}$;
- тигли фарфоровые;
- эксикатор;
- спирт этиловый 95–96 %;
- бумага фильтровальная;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 5, 10 и 50 мм;
- плитка электрическая с водяной баней;
- шкаф электрический сушильный СЭШ-1;
- печь муфельная.

Выполнение работы

1) Построение градуировочного графика

Основной раствор фосфора с концентрацией 100 мкг/см^3 (*раствор 1*) готовят заранее, его хранят в темной склянке не более 1 месяца.

Взвешивают в стакане $0,4392-0,4394$ г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре $(105 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$, с помощью дистиллированной воды количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем мерной колбы дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора фосфора массовой концентрацией 10 мкг/см^3 (*раствор 2*). В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 отбирают пипеткой 100 см^3 *раствора 1* при температуре $(20 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ и доводят объем дистиллированной водой до метки. *Раствор 2* каждый день испытаний готовят заново.

Для получения градуировочных растворов массовой концентрацией фосфора $0,025; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; 2,0 \text{ мкг/см}^3$ в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отбирают с помощью пипеток или бюреток соответственно $0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0; 20,0 \text{ см}^3$ *раствора 2*, после чего объем

в каждой колбе доводят дистиллированной водой до 20 см^3 (суммарный объем раствора 2 и воды).

Далее в каждую колбу приливают по 20 см^3 1 М раствора серной кислоты и добавляют $(0,75 \pm 0,02)$ г оксида магния. Колбы с полученной смесью помещают в кипящую водяную баню до полного растворения оксида магния. Затем в каждую колбу приливают по 20 см^3 молибденового реагента, приготовленного по ГОСТ 31753–2012. Растворы перемешивают, выдерживают 30 минут в кипящей водяной бане, охлаждают до $(20 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор сравнения готовят аналогичным образом, но без добавления раствора 2.

Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют относительно раствора сравнения. Измерения проводят последовательно, в кюветах разной рабочей длины. Результаты измерений представляют в виде таблицы и графика. Для каждой кюветы строят отдельный градуировочный график, выбирая диапазон массовых концентраций фосфора таким образом, чтобы значения оптической плотности укладывались в диапазон измерений шкалы оптической плотности фотоэлектроколориметра.

Для построения градуировочных графиков по оси абсцисс откладывают массовую концентрацию фосфора в градуировочных растворах в $\text{мкг}/\text{см}^3$, по оси ординат – оптическую плотность D .

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят периодически, но не реже одного раза в месяц, а также при приготовлении новых порций молибденового реагента.

Образцами для контроля являются два заново приготовленных градуировочных раствора. При этом измеряют оптическую плотность приготовленных растворов и по действующему градуировочному графику высчитывают содержание фосфора.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если отклонение измеренных значений массовой концентрации фосфора от исходных не превышает $\pm 5 \%$.

2) Подготовка и анализ проб масла

Пробу анализируемого масла хорошо перемешивают, нагревают до температуры $70\text{--}75 \text{ }^\circ\text{C}$ и отфильтровывают через беззольный фильтр при той же температуре. Навеску масла берут в зависимости от способа его очистки:

Нерафинированное	от 0,2 до 0,4
Рафинированное	от 1,0 до 1,5

К взвешенной в тигле навеске анализируемого масла добавляют $(0,75 \pm 0,02)$ г оксида магния и нагревают 10 минут на электроплитке или в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ для того, чтобы анализируемое масло адсорбировалось оксидом магния. Затем тигель нагревают на электроплитке до полного обугливания содержимого, а остаток прокаливают добела

(озоляют) в муфельной печи при температуре 800–1000 °С (длительность озоления зависит от массы навески анализируемого масла и температуры муфельной печи и составляет от 20 мин до 1 ч).

Полученную золу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ с помощью трех порций дистиллированной воды общим объемом 20 см³, приливают 20 см³ 1 М раствора серной кислоты и нагревают колбу до полного растворения оксида магния. Далее к этому раствору добавляют 20 см³ молибденового реагента и нагревают в течение 30 минут в кипящей водяной бане. После охлаждения содержимого до температуры (20±3) °С доводят объем мерной дистиллированной водой до метки.

Оптическую плотность этого раствора (пробы масла) измеряют относительно *раствора сравнения*. При этом длину кюветы подбирают так, чтобы значение оптической плотности было в пределах 0,1–0,8. При анализе рафинированных масел рекомендуется применять кювету 50 мм.

Используя градуировочный график, построенный для соответствующей кюветы, по измеренной оптической плотности определяют массовую концентрацию фосфора в анализируемом растворе, мкг/см³.

3) Обработка результатов

Содержание фосфора в озоленных пробах масла X , мг/кг, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{\alpha \cdot 100}{m},$$

где α – массовая концентрация фосфора, мкг/см³;

m – масса навески масла, г;

100 – объем анализируемого раствора, см³.

Результат можно также выразить как массовую долю стеароолеолецитина или оксида фосфора, %, используя формулы пересчета:

$$X_{cm} = 0,002544 \cdot X, \quad X_{of} = 0,000229 \cdot X$$

где X_{cm} – массовая доля фосфорсодержащих веществ в пересчете на стеароолеолецитин, %;

X_{of} – массовая доля фосфорсодержащих веществ в пересчете на оксид фосфора, %;

X – содержание фосфора, мг/кг.

В заключение работы следует написать вывод о соответствии анализируемого образца растительного масла требованиям действующих НД по содержанию фосфолипидов.

Лабораторная работа 5. Определение содержания флавоноидов и антоцианов в растительном сырье и готовой продукции

Цель работы: закрепление практических навыков по интерпретации результатов фотометрического анализа продуктов переработки растительного сырья.

Поскольку флавоноиды и антоцианы относятся к биологически активным компонентам, многие богатые этими соединениями виды растительного сырья приравниваются к сырью лекарственно-технического назначения. Соответственно, основные методики определения флавоноидов и антоцианов регламентируются документами Р 4.1.1672–03 «Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище» и «Руководство по валидации аналитических методик проведения испытаний лекарственных средств».

Метод определения флавоноидов в пчелопродуктах, подходящий для исследований сырья и полуфабрикатов кондитерского и ликероводочного производства, изложен в ГОСТ Р 55312–2012 «Прополис. Метод определения флавоноидных соединений».

Фотометрические методы количественного определения флавоноидов основаны на образовании окрашенных комплексов флавоноидов в результате их реакций с солями металлов (алюминия, циркония, титана, хрома, сурьмы), с лимонно-борным реактивом, на реакции восстановления цинком или магнием в кислой среде.

Для количественного анализа флавоноидов: флавонолов (рутина, кверцетина), флавонов (апигенина, лютеолина, изовитексина) и флавононов (нарингенин, дигидрокверцетин) используют фотометрический метод, в основе которого лежит определение продуктов взаимодействия этих веществ с раствором хлорида алюминия при длине волны 415–440 нм для флавонолов и 495 нм, соответственно, для всех остальных. Выбор стандарта для проведения анализа (рутин, кверцетин или иной флавоноид) зависит от преобладающего флавоноида в составе анализируемого сырья.

В отсутствие хлорида алюминия флавоноиды водно-спиртовых извлечений из растительного сырья не определяются рассматриваемым методом, именно это свойство флавоноидов используется при приготовлении растворов сравнения.

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы продуктов переработки плодово-ягодного сырья;
- весы лабораторные общего назначения с допустимой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- СО рутин и кверцетин;
- спирта этилового растворы 60 %, 80 %, 90 % и 95 %;
- хлорид алюминия х. ч.;
- 1 М раствор натрия уксуснокислого;
- кислота соляная конц.;

- вода дистиллированная;
- колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³;
- пробирки стеклянные;
- пипетки мерные вместимостью 1, 5 и 10 см³;
- груши резиновые;
- плитка электрическая с водяной баней;
- бумага фильтровальная;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 5 и 10 мм.

Выполнение работы

1) Построение градуировочных графиков для определения содержания флавоноидов в напитках (общий анализ)

Построение градуировочного графика рутина

Раствор стандартного образца рутина (концентрацией 1 мг/см³) готовят по точной навеске (0,050 г) стандартного образца рутина, растворяя её в 60 % растворе этилового спирта в мерной колбе вместимостью 50 см³ при нагревании на водяной бане, с последующим охлаждением и доведением уровня спиртового раствора в колбе до риски. Срок годности приготовленного раствора стандартного образца рутина – не более 30 суток при хранении в прохладном, защищенном от света месте.

Из стандартного раствора рутина готовят ряд разведений с концентрацией рутина, мкг/см³: 8, 16, 24, 32 и 40 соответственно. Для этого:

- в 5 оптически чистых пробирок вместимостью 15 см³ мерной пипеткой вносят, соответственно, 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 см³ стандартного раствора рутина;
- в каждую пробирку мерной пипеткой вносят по 1 см³ 5% раствора хлорида алюминия в 60% этиловом спирте;
- объем раствора в каждой пробирке доводят до суммарных 12,5 см³ добавлением мерной пипеткой расчетного количества 60 % раствора этилового спирта. Эти растворы используют в качестве калибровочных.

! После приготовления всех растворов их тщательно перемешивают.

Калибровочные растворы выдерживают при комнатной температуре в течение 30 минут, после чего измеряют их оптическую плотность при длине волны 420 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 5 и 10 мм. В качестве растворов сравнения используют серию растворов, приготовленных с заменой 5 % раствора хлорида алюминия на 60 % раствор этилового спирта следующим образом:

- в 5 оптически чистых пробирок вместимостью 15 см³ мерной пипеткой вносят, соответственно, 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 см³ стандартного раствора рутина;
- объем раствора в каждой пробирке доводят до суммарных 12,5 см³ добавлением мерной пипеткой расчетного количества 60 % раствора этилового спирта.

После измерения оптической плотности растворов строят градуировочные графики (для кювет на 5 и 10 мм) в координатах: оптическая плотность (D_{420}) – содержание рутина (C_P , мкг/см³).

Построение градуировочного графика кверцетина

Стандартный раствор кверцетина (концентрацией 100 мкг/см³) готовят из точной навески стандартного образца кверцетина (0,010 г), которую растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в 80 % растворе этилового спирта, доводя уровень раствора в колбе до риски. Срок годности приготовленного раствора стандартного образца кверцетина – не более 30 суток при хранении в прохладном, защищенном от света месте.

Из стандартного раствора кверцетина в 4 мерных колбах вместимостью 50 см³ готовят калибровочные растворы с концентрацией 20, 40, 60 и 80 мкг/см³. Для этого пипеткой в мерные колбы отбирают 10, 20, 30 и 40 см³ приготовленного стандартного раствора кверцетина и доводят объем калибровочных растворов до риски 80 % раствором этилового спирта.

В четыре пробирки вместимостью 10–15 см³ вносят по 0,5 см³ соответствующего калибровочного раствора кверцетина. В каждую пробирку добавляют по 1,5 см³ 95 % этилового спирта, 0,1 см³ 10% раствора хлорида алюминия, 0,1 см³ 1 М раствора ацетата натрия и 2,8 см³ дистиллированной воды. Эти растворы используют в качестве калибровочных.

! После приготовления всех растворов их тщательно перемешивают.

Содержимое пробирок выдерживают при комнатной температуре в течение 30 минут, после чего измеряют оптическую плотность калибровочных растворов при длине волны 415 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 5 и 10 мм.

В качестве растворов сравнения используют растворы, приготовленные аналогично, но с заменой раствора хлорида алюминия на дистиллированную воду.

После измерения оптической плотности растворов строят градуировочные графики (для кювет на 5 и 10 мм) в координатах: оптическая плотность (D_{415}) – содержание кверцетина (C_{KB} , мкг/см³).

2) Фотоколориметрическое определение суммы флавоноидов в сырье и полуфабрикатах с преобладанием рутина

Точную навеску (0,50–0,75 г) плодово-ягодного экстракта или другого полуфабриката взвешивают в стеклянном химическом стакане и доводят до полного растворения добавлением 20 см³ 60 % раствора этилового спирта. Далее раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят общий уровень раствора в колбе до риски 60 % раствором этилового спирта.

В две пробирки вносят по 1 см³ приготовленного раствора экстракта, в одну из них добавляют 1 см³ 5 % раствора хлористого алюминия, во вторую – такое же количество 60 % раствора этилового спирта (эта пробирка служит раствором сравнения).

Содержимое обеих пробирок доводят до суммарных $12,5 \text{ см}^3$ добавлением мерной пипеткой расчетного количества 60 % раствора этилового спирта и тщательно перемешивают. Через 30 минут выдержки измеряют оптическую плотность анализируемого раствора относительно раствора сравнения (экстракт без хлористого алюминия) при длине волны 420 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 5 и 10 мм.

Зная оптическую плотность анализируемого раствора, по калибровочным графикам находят количество рутина, в мкг/см^3 раствора.

Массовую долю флавоноидов в образце (в пересчете на рутин) X , %, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot 50 \cdot 100 / (1000 \cdot m \cdot 1) \text{ или } X = 5C : m$$

где C – количество рутина, найденное по калибровочному графику, мкг/см^3 ;

50 – общий объем приготовленного раствора экстракта, см^3 ;

100 – пересчет значения в проценты, %;

1000 – пересчет значения из мкг/см^3 в мг/см^3 ;

m – точная масса пробы, взятой для анализа, г;

1 – точный объем экстракта, взятого для анализа, см^3 .

3) Фотокolorиметрическое определение суммы флавоноидов в сырье и полуфабрикатах с преобладанием кверцетина

Пробу воздушно-сухого растительного сырья измельчают до размера частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Точную навеску (1,0 г) растительного сырья помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 150 см^3 , туда же вносят 30 см^3 90 % раствора этилового спирта, содержащего 1 % концентрированной соляной кислоты, колбу присоединяют к обратному холодильнику и греют колбу на кипящей водяной бане в течение 30 минут. Затем колбу охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через вату в мерную колбу вместимостью 100 см^3 .

Экстракцию исследуемого растительного сырья дублируют еще 1 раз, затем еще 1 раз – 90 % спиртом без добавления соляной кислоты, так же в течение 30 минут.

Суммарное извлечение фильтруют через ту же вату в ту же мерную колбу вместимостью 100 см^3 , промывают фильтр 90 % раствором этилового спирта и доводят объем фильтрата в мерной колбе 90 % раствором этилового спирта до риски (это – раствор А).

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 2 см^3 раствора А, добавляют 1 см^3 1 % раствора хлорида алюминия в 95 % растворе этилового спирта и доводят общий объем раствора в мерной колбе 95 % раствором этилового спирта до риски. Приготовленный раствор тщательно перемешивают и выдерживают в течение 20 минут, после чего измеряют оптическую плотность этого раствора при длине волны 430...440 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, состоящий из 2 см^3 раствора А, доведенного 95% спиртом до риски в мерной колбе вместимостью 25 см^3 без добавления раствора хлорида алюминия.

Содержание суммы флавоноидов в пересчете на кверцетин и абсолютно сухое растительное сырье (X , %) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{D \cdot 25 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{764,6 \cdot m \cdot 2 \cdot (100 - \omega)}$$

При необходимости расчета содержания суммы флавоноидов на натуральный вес растительного сырья используют формулу:

$$X = \frac{D \cdot 25 \cdot 100 \cdot 100}{764,6 \cdot m \cdot 2},$$

где D – измеренная величина оптической плотности исследуемого раствора относительно раствора сравнения;

25 – объем мерной колбы, в которой был приготовлен раствор для фотометрического анализа, см³;

100 – пересчет значения в проценты, %;

100 – пересчет значения на суммарный объем водно-спиртового извлечения из растительного сырья (100 см³), безразмерный коэффициент;

100 – пересчет значения в один порядок со значением влажности растительного сырья, %;

764,6 – удельный показатель поглощения комплекса кверцетина с хлоридом алюминия при 430 нм;

m – точная масса пробы исследуемого растительного сырья, г;

2 – объем аликвоты раствора A , отобранный в мерную колбу вместимостью 25 см³ для фотометрического анализа, см³;

ω – влажность исследуемого растительного сырья, %.

3) Фотоколориметрическое определение антоцианов

Антоцианы имеют максимум абсорбции в области 510–550 нм. Для их количественного анализа фотометрией используют спиртовые растворы, подкисленные соляной кислотой.

При анализе особенно нестабильных антоцианов допускается замена соляной кислоты на уксусную или щавелевую.

Каждую из двух проб, взвешенных по точной навеске (1,0–2,0 г) растирают в двух фарфоровых ступках с промытым и прокаленным песком в 10 см³ 1 % раствора соляной кислоты до гомогенного состояния.

Гомогенизированные пробы вносят в центрифужные пробирки и обрабатывают в течение 30–45 минут при 3000 об/мин. Объем отделившегося слоя центрифугата измеряют мерной пипеткой с точностью до 0,2 см³.

Центрифугат вносят в кювету с толщиной оптического слоя 1 см и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм. Для внесения поправки на содержание зеленых пигментов оптическую плотность центрифугата измеряют еще раз, при длине волны 657 нм. В качестве раствора сравнения при проведении измерений используют 1 % раствор соляной кислоты.

Содержание суммы антоцианов в анализируемой пробе X , %, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(D_{510} - 0,333 \cdot D_{657}) \cdot V \cdot 100}{453 \cdot m},$$

где D_{510} – оптическая плотность раствора, измеренная при длине волны 510 нм;
 D_{657} – оптическая плотность раствора, измеренная при длине волны 657 нм;
 V – объем центрифугата от одной анализируемой пробы, см³;
100 – пересчет значения в проценты, %;
453 – удельный показатель поглощения цианидин-3,5-дигликозида при длине волны 510 нм в 1%-ном водном растворе соляной кислоты, равный;
 m – точная масса одной пробы исследуемого сырья, г.

В заключение работы следует написать вывод о содержании флавоноидов и/или антоцианов в анализируемом образце.

Лабораторная работа 6. Определение цвета пчелиного мёда

Цель работы: закрепление практических навыков по интерпретации результатов фотометрического анализа сырья кондитерского производства.

Цвет пчелиного меда – одна из важнейших идентификационных характеристик этого продукта. Цвет меда зависит от того, в какой географической местности он собран пчёлами, но прежде всего цвет мёда обусловлен составом перешедших в него растительных пигментов – каротиноидов, флавоноидов и хлорофиллов. Цвет мёда связан с его консистенцией, продолжительностью и условиями хранения, что, в свою очередь, влияет на его технологические и вкусовые свойства.

Метод фотометрического определения цвета пчелиного мёда является стандартным и регламентирован ГОСТ 31771–2012 «Мёд. Метод определения цветности». Метод основан на фотометрическом измерении пропускания луча света слоем мёда по отношению к глицерину, с последующей идентификацией интенсивности окраски анализируемого образца мёда по специальной цветовой шкале (шкале Пфунда).

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы пчелиного мёда;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- плитка электрическая с водяной баней;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °С;
- стеклянные или полимерные химические стаканы вместимостью 250...500 см³;
- сита лабораторные из капроновой или металлической сетки с диаметром отверстий 0,5 мм;

- шпатели;
- цилиндры мерные вместимостью 50 см³;
- палочки стеклянные лабораторные оплавленные длиной от 15 до 20 см;
- вода дистиллированная;
- глицерин дистиллированный, ч.д.а;
- пробирки полипропиленовые центрифужные;
- центрифуга лабораторная;
- бумага фильтровальная;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм.

Выполнение работы

Для проведения анализа используют незакристаллизованный мёд. Закристаллизовавшийся мёд предварительно размягчают на водяной бане при температуре не более 40 °С и процеживают или продавливают шпателем через сито, охлаждают до комнатной температуры.

Анализируемую пробу мёда тщательно перемешивают не менее 3 минут, не допуская активного попадания воздуха в массу мёда. Крупные механические частицы удаляют вручную.

2 центрифужные пробирки, наполненные процеженным через сито мёдом, помещают на водяную баню и выдерживают при температуре 70 °С до полного растворения кристаллов. Разогретый мёд обрабатывают в пробирках на центрифуге в течение 10 минут на скорости 1000 оборотов/мин.

В кювету сравнения заливают 4 см³ глицерина, устанавливают значение оптической плотности «0». В измерительную кювету осторожно наливают подготовленный мёд (однородный, прозрачный, без включений и пузырьков воздуха).

Проводят не менее 2 измерений цвета мёда, по среднему значению устанавливают соответствие каждого образца мёда классу цветности (таблица 6).

Таблица 6 - Классы цветности меда и соответствующие им значения оптической плотности по ФЭК и значений по шкале Пфунда

Класс цветности меда	Оптическая плотность по ФЭК	Значения по шкале Пфунда, мм
Прозрачный	0,00–0,08	0–8
Белый экстра	Более 0,08...0,13	Более 8–17
Белый	Более 0,13–0,25	Более 17–34
Светло-янтарный экстра	Более 0,25–0,33	Более 34–50
Светло-янтарный	Более 0,33–0,55	Более 50–85
Янтарный	Более 0,55–0,73	Более 85–114
Темный	Более 0,73	Более 114

По результатам проведенных исследований формулируют в тетради заключение о классе цветности образцов анализируемого мёда.

Вопросы для самоконтроля по теме «Фотометрические методы исследований»

1. На чём основан фотометрический метод исследования?
2. Нарисуйте схему прохождения светового потока через кювету с раствором.
3. Охарактеризуйте основную область применения фотометрического метода анализа.
4. Почему для изготовления кювет используют кварц, а не натрий- или боросиликатное стекло?
5. Для чего используют фотоколориметры?
6. Объясните принцип устройства и работы фотоколориметра.
7. Каким условиям должны отвечать вещества и пробы для того, чтобы их можно было исследовать методом фотоколориметрии?
8. Что такое оптическая плотность раствора?
9. Как взаимосвязаны величина оптической плотности и концентрации вещества?
10. Каким требованиям должны соответствовать вещества, используемые для приготовления растворов сравнения при фотометрическом анализе?
11. Какие способы обработки экспериментальных данных применяют в фотометрии?
12. В чём состоит отличие фотоколориметрических методов анализа от спектрометрических?
13. Чей закон положен в основу измерений в фотометрии? В чём он состоит?
14. На чём основан метод определения содержания в воде железа? Сущность методики.
15. На чём основан фотометрический метод контроля цвета томатопродуктов? Какое вещество при этом используется в качестве стандарта?
16. На чём основан метод определения флавоноидов и антоцианов? Какие вещества при этом используются в качестве стандарта?
17. Как можно устранить мешающее влияние мешающих пигментов растительного сырья?
18. На чём основан метод определения фосфолипидов в растительных маслах? Какое вещество при этом используется в качестве стандарта?
19. Какие факторы и как могут повлиять на точность фотометрических измерений?
20. Объясните последовательность обработки результатов измерений на фотоколориметре при использовании градуировочных (калибровочных) графиков.

4 НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

«Нефело» с греческого переводится как «облако». Нефелометрический метод анализа мутных сред основан на сравнении интенсивности света, рассеянного исследуемой мутной жидкостью и жидкостью, принятой в качестве стандарта.

Интенсивность проходящего через исследуемый раствор рассеянного светового потока будет зависеть от ряда факторов: от вида вещества (взвесь или коллоид), от формы (объема) и размеров частиц, от концентрации частиц в анализируемой пробе.

Принцип работы нефелометров (рисунок 10) основан на уравнивании двух световых потоков: одного – от исследуемой мутной пробы, другого – от матового или молочного стеклянного рассеивателя прибора. Уравнивание потоков производится автоматически, с помощью специальных измерительных диафрагм.

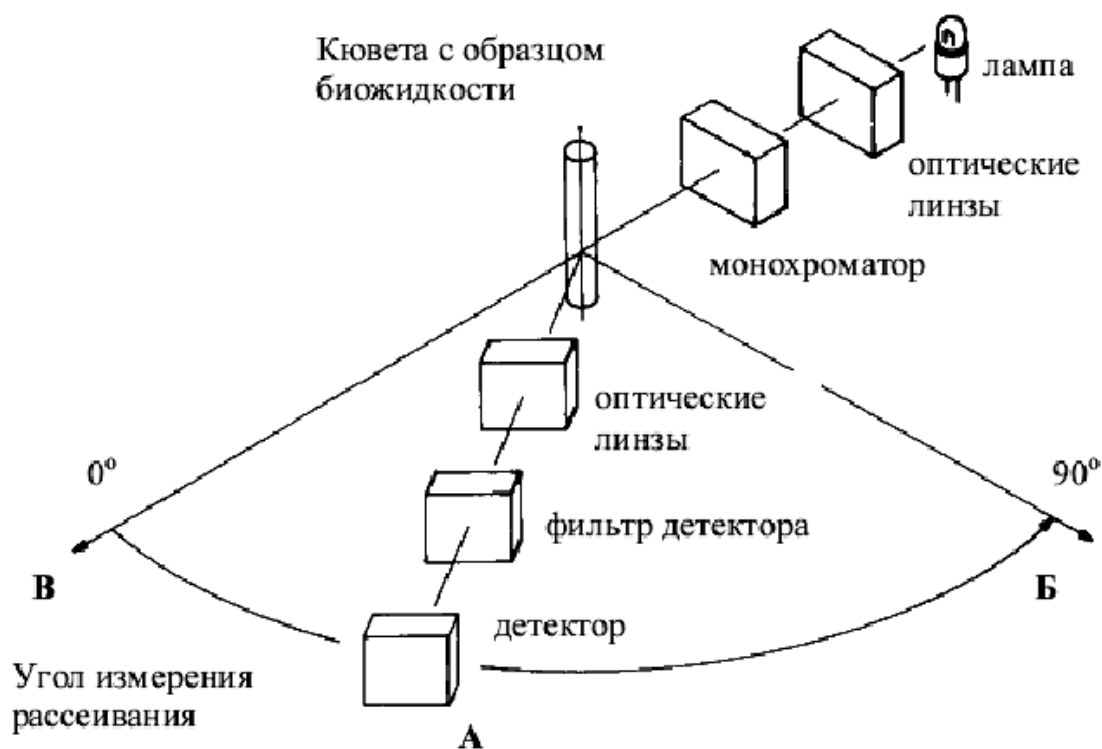


Рисунок 10 – Схема устройства нефелометра

А – нефелометр, регистрирующий малоугловое рассеяние,
Б – нефелометр, регистрирующий рассеяние под углом 90°

В пищевой промышленности нефелометрию используют при входном контроле качества воды (оценка мутности), анализе соков и других напитков. При этом сопоставляется интенсивность света, рассеянного исследуемой мутной жидкостью и жидкостью, принятой в качестве эталона.

В качестве измерительных приборов в нефелометрии используют автоматический нефелометры (рисунок 11), но пригодны для таких исследований и фотоэлектроколориметры.

Турбидиметрия – вариация нефелометрического метода, основанная на измерении ослабления интенсивности светового потока, прошедшего через раствор, также содержащий твёрдые частицы (интенсивность уменьшается вследствие поглощения и рассеяния светового потока). Метод приобрел широкое применение в области микробиологических исследований.



Рисунок 11 – Нефелометр микробиологический (мутномер)

Для учета числа клеток нефелометрическим методом также можно использовать фотоэлектроколориметр. В целом, нефелометрический метод может дать достаточно точные данные о числе клеток в объеме при исследовании равнодисперсных гомогенных суспензий, однако некорректно применять нефелометрический метод для подсчета частиц, имеющих различную дисперсность.

Лабораторная работа 1. Определение суммарного белка в растворах

Цель работы: приобретение практических навыков в области нефелометрических исследований.

Преобладающее большинство методов анализа белка базируется на использовании оптических свойств этого класса веществ.

В группу методов, позволяющих определить присутствие или количественное содержание белка оптическими методами, относят колориметрический (визуальный – по качественным реакциям с образованием окрашенных соединений: биуретовой реакцией, методом Лоури и методом сорбции белками определённых красителей), поляриметрический (позволяет количественно оценить содержание L-аминокислот, обладающих свойством вращать плоскость поляризованного света), рефрактометрический (обеспечивает возможность определить концентрацию растворенного в растворе белка, так как преломление света этим раствором линейно зависит от концентрации белка) и спектрофото-

метрически (степень поглощения белками УФ-лучей в диапазоне около 200 нм и 260 нм также пропорциональна концентрации белков).

Метод определения суммарного белка нефелометрическим методом основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного белковыми веществами, находящимися в растворе в виде коллоидов и взвесей. Таким образом, концентрацию белка определяют по интенсивности светорассеяния или оптической плотности.

Выделение белка из пищевого сырья чаще всего проводят экстракцией с использованием в качестве растворителя слабых солевых растворов. Общий объем растворителя, как и массу пробы и вид растительного сырья, фиксируют в лабораторном журнале.

Оборудование, посуда и реактивы:

- объекты исследований: раствор белков из муки пшеницы, гречневой ядрицы или масличных семян; молоко или растительная белоксодержащая эмульсия;

- растворы альбумина;

- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;

- колбы мерные вместимостью 100 см^3 ;

- пробирки;

- пипетки мерные вместимостью 5 см^3 ;

- груши резиновые;

- бумага фильтровальная;

- кислоты сульфосалициловой раствор 3 %;

- хлорида натрия раствор 1 %;

- вода дистиллированная;

- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;

- кюветы с толщиной оптического слоя 5 мм.

Выполнение работы

1) Получение раствора растительных белков

25 г пшеничной или масличной (подсолнечной; соевой; ореховой; кунжутной) муки смешивают со 100 см^3 подсоленной воды (1 % раствор NaCl) и оставляют эту смесь на 30–40 минут, с интенсивным периодическим встряхиванием, после чего смесь переносят в воронку на большой складчатый фильтр. Первые $1\text{--}2 \text{ см}^3$ фильтрата возвращают на фильтр.

Полученный фильтрат представляет собой раствор простых углеводов, альбуминов и глобулинов.

2) Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика необходимо приготовить в мерных колбах вместимостью 100 см^3 серию стандартных растворов альбумина с концентрацией 5, 10, 20, 50 и $100 \text{ мг}/100 \text{ см}^3$ в 0,9 % растворе хлорида натрия.

Из каждого разведения отобрать в пробирки по $1,25 \text{ см}^3$ раствора альбумина соответствующей концентрации и довести объем раствора в каждой пробирке до 5 см^3 добавлением 3% раствора сульфосалициловой кислоты.

Оптическую плотность серии градуировочных растворов белка измерять при оранжевом светофильтре (длина волны 650–590 нм) в кюветах с толщиной оптической плотности 5 мм. В качестве контроля для каждой концентрации белка используют тот же градуировочный раствор белка, но с доведением общего объема раствора в пробирке до 5 см³ добавлением 1 % раствора хлорида натрия.

По результатам измерений нарисовать график зависимости концентрации белка (мг/100 см³) от оптической плотности. Прямолинейная зависимость при построении калибровочного графика должна сохраняться до концентрации 100 мг/100 см³.

3) Нефелометрическое определение белка в испытуемой пробе

В пробирку налить 1,25 см³ фильтрата белоксодержащего раствора – вытяжки из растительного сырья. Довести объем раствора в пробирке до 5 см³ добавлением 3% раствора сульфосалициловой кислоты.

Через 15 минут определить оптическую плотность приготовленного раствора. В качестве контроля используют тот же раствор белка, но с доведением общего объема раствора в пробирке до 5 см³ добавлением 1 % раствора хлорида натрия.

Зная величину оптической плотности, содержание белка в исследуемой вытяжке из растительного сырья определяют по графику методом экстраполяции ($D_x \rightarrow C_x$). По результатам выполненной работы оформить в тетради заключение о содержании белка в исследуемой вытяжке из растительного сырья.

Лабораторная работа 2. Анализ прозрачности растительных масел

Цель работы: закрепление практических навыков по интерпретации результатов нефелометрических исследований.

Прозрачность – характеристика, отражающая наличие (отсутствие) в исследуемом растительном масле мути и/или взвешенных частиц, заметных невооруженному глазу. Эти вещества ухудшают внешний вид масла, поэтому при обнаружении в растительном масле заметной мути снижают его сортность.

Гидратированное, рафинированное и рафинированное дезодорированное масло пищевого назначения (высший, первый сорта) должно быть прозрачным. В нерафинированном масле допускается наличие легкого помутнения или сетки. В нерафинированном масле – сырье для переработки в продукцию технического назначения – допускаются наличие осадка и незначительное помутнение над осадком

Оборудование, посуда и реактивы:

- образцы нерафинированных светлоокрашенных растительных масел;
- водная суспензия формазина;
- колбы мерные вместимостью 500 см³;
- пипетки мерные вместимостью 1 и 10 см³;
- груши резиновые;
- бумага фильтровальная;

- вода дистиллированная;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 20 мм.

Выполнение работы

Инструментальное определение прозрачности растительных масел (в единицах фем) проводят по ГОСТ 5472–50, с использованием лабораторного фотоколориметра, предварительно градуированного по стандартизированной формазиновой шкале. В процессе работы на фотоколориметре используют кюветы на 20 мм и светофильтр на 570 или 590 нм.

1) Градуировочный график строят, используя калибровочные суспензии формазина с прозрачностью 50 и 2 фем.

Для приготовления калибровочных суспензий в мерные колбы вместимостью 500 см³ пипеткой вводят 25 см³ и 1 см³ тщательно перемешанной стандартной водной суспензии формазина с прозрачностью 1000 фем, соответственно, получая суспензии формазина с прозрачностью 50 и 2 фем. После этого объем суспензий в мерных колбах доводят до риски дистиллированной водой и перемешивают. Хранить калибровочные суспензии допускается только в холодильнике, не более 1 недели.

Для построения градуировочного графика в одну из кювет фотоколориметра заливают градуировочную суспензию прозрачностью 2 фем. Во вторую кювету заливают дистиллированную воду, которую используют в качестве раствора сравнения весь период испытаний (не более одного дня). Замеряют и записывают в тетрадь значение оптической плотности суспензии.

Далее анализ повторяют, но в первую кювету в этот раз заливают градуировочную суспензию прозрачностью 50 фем. Снова записывают результат измерений. По полученным значениям оптической плотности (при 0 фем формазина – прозрачность раствора 100 % и оптическая плотность 0; для 2 фем формазина; для 50 фем формазина) строят прямолинейный график зависимости степени прозрачности суспензий от их оптической плотности.

2) Анализируемое масло заливают в кювету фотоколориметра без пузырьков воздуха, после этого кювету помещают в ячейку фотоколориметра и измеряют оптическую плотность масла относительно кюветы с таким же маслом, предварительно профильтрованным через складчатый фильтр.

Значение оптической плотности D анализируемого масла, переведенное по градуировочному графику в формазиновые единицы (фем), соответствует степени его прозрачности.

За окончательное значение прозрачности (мутности) растительного масла принимают среднее арифметическое значение степени прозрачности двух проб анализируемого образца, округленное до 0,1 фем.

Для рафинированных и рафинированных дезодорированных масел степень прозрачности не должна превышать 25 фем, нерафинированных и гидратированных – 40 фем.

Для растительных масел, предназначенных для переработки в продукцию технического назначения, прозрачность (в фем) не регламентируется.

Лабораторная работа 3. Анализ мутности пищевых дисперсных систем. Определение концентрации дрожжевой суспензии

Цель работы: закрепление практических навыков по интерпретации результатов нефелометрических исследований.

Нефелометрический метод определения количества одноклеточных организмов в суспензии (плотность клеток, $\text{МЛН}/\text{см}^3$) позволяет с довольно высокой точностью оценивать динамику роста биомассы и находит широкое применение в биотехнологии пищевых продуктов. Это обусловлено тем, что клетки микроорганизмов (микроводоросли, дрожжевые клетки, азотобактерии и др.) не претерпевают изменений и не растворяются в суспензии в течение времени проведения исследований.

Нефелометрический метод нельзя применить для подсчета частиц, имеющих различную дисперсность.

В целом, нефелометрический метод может дать достаточно точные данные о числе клеток в объеме при исследовании равнодисперсных гомогенных суспензий.

При учете числа клеток нефелометрическим методом используют фотоэлектроколориметр. При определении мутности необходимо следить за тем, чтобы кюветы были чистыми и при измерении всегда находились в одном и том же положении в кюветодержателе прибора.

При массовой работе с большим числом водорослей для первых ориентировочных анализов можно пользоваться сравнителем величины оптической плотности культуры. Для этого проводят калибровку фотоэлектроколориметра и составляют градуировочные графики для каждой культуры, в дальнейшем по этим графикам определяют число клеток в дрожжевой суспензии.

Оборудование, посуда и реактивы:

- дрожжи хлебопекарные;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- колбы конические вместимостью 100 см^3 ;
- пипетки мерные вместимостью 5 см^3 ;
- груши резиновые;
- камера Горяева;
- стекла микробиологические покровные;
- бумага фильтровальная;
- вода дистиллированная;
- спирт этиловый 95 %;
- микроскоп лабораторный;
- фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3;
- кюветы с толщиной оптического слоя 5 и 10 мм.

Выполнение работы

В экспериментальной части осуществляют определение концентрации дрожжевой суспензии нефелометрическим методом с использованием ФЭК.

Подсчет дрожжевых клеток осуществляют по градуировочному графику. Для этого в стандартных условиях делают ряд последовательных разведений.

Подготовленные разведения измеряют на ФЭК (измеряют мутность суспензии по оптической плотности).

Параллельно с измерением на ФЭК подсчитывают количество дрожжевых клеток под микроскопом, с использованием камеры Горяева. На основании полученных данных составляют соответствующую для данной культуры калибровочный график.

1) Приготовление последовательных разведений дрожжевой суспензии

Для приготовления последовательных разведений дрожжевой суспензии используют дистиллированную воду. Чаще всего делают десятичные разведения. Для приготовления разведений воду разливают по 27 см³ в сухие конические колбы вместимостью 100 см³.

При приготовлении первого разведения навеску дрожжей в количестве 3 г переносят в колбу с дистиллированной водой и осторожно взбалтывают до получения однородной суспензии. Получили разведение 1:10.

Далее при помощи пипетки переносят 3 см³ полученного разведения в следующую колбу, не касаясь ею дистиллированной воды. Суспензию тщательно перемешивают. Полученная суспензия имеет разведение 1:100 (1:10²). Из полученного разведения при помощи пипетки отбирают 3 см³ и переносят в третью колбу. Это разведение составляет 1:10³.

Таким же образом готовят и последующие разведения. Для построения градуировочной кривой степень конечного разведения составляет 1:10¹⁰.

При приготовлении каждого разведения обязательно используют отдельную пипетку во избежание ошибки результата (ошибка связана с адсорбцией микроорганизмов на стенках пипетки).

2) Подсчет дрожжевых клеток в сетках камеры Горяева

Перед подсчетом дрожжевых клеток камеру Горяева и специальное покровное стекло хорошо промывают и просушивают. На поверхность сеток наносят по небольшой капельке приготовленного разведения и накрывают покровным стеклом. Жидкость под покровным стеклом должна растекаться равномерно, без пузырьков.

Для того чтобы объем жидкости точно соответствовал расчетному объему камеры, покровное стекло притирают к боковым площадкам камеры до появления так называемых Ньютоновых колец. Допускается сначала притереть покровное стекло, а затем с помощью пипетки заполнить камеру суспензией микроорганизмов.

Подсчет клеток производят через 3–5 минут после заполнения камеры Горяева.

Камеру помещают на предметный столик микроскопа и рассматривают сначала с объективом ×8, затем ×40. Клетки подсчитывают в 5 (можно в 10) больших квадратах по диагонали или по углам сетки и в центре. Учитывают все

клетки, находящиеся внутри квадрата и на пограничных линиях, если они больше чем на половину лежат внутри квадрата. Клетки, пересеченные пограничной линией пополам, считают только на двух из четырех сторон квадрата. Клетки, расположенные вне квадрата, не учитывают.

Подсчет клеток под микроскопом должен быть особо тщательным. Для получения более точных результатов подсчет ведут не менее чем в двух повторностях.

Количество клеток в 1 см³ исследуемой суспензии рассчитывают по формуле:

$$M = 10^3 \cdot a \cdot n / h \cdot s = 10^3 \cdot a \cdot n / 0,004,$$

где M – число клеток в 1 см³ суспензии;

a – среднее арифметическое число клеток в квадрате сетки;

h – глубина камеры в мм; h = 0,1 мм;

s – площадь квадрата сетки в мм² (s = 0,04 мм²);

10³ – коэффициент перевода см³ в мм³;

n – разведение исследуемой суспензии.

3) Фотометрическое определение концентрации дрожжевой суспензии

При учете числа клеток нефелометрическим методом суспензию взбалтывают и наливают в одну из кювет фотоэлектроколориметра (ФЭК). Во вторую кювету наливают дистиллированную воду или питательную среду без микроорганизмов – раствор сравнения. Для исследований используют кюветы с длиной грани 10 мм. Предварительно устанавливают нулевую точку прибора при заполнении обеих кювет водой или питательной средой. Мутность суспензии измеряют на зеленом светофильтре с длиной волны 540 нм. Отсчет проводится по шкале оптической плотности. Для получения точных результатов необходимо избегать образования воздуха на стенках кюветы и в суспензии.

Для получения точных результатов оптическую плотность определяют в течение 5 с. Определение проводят не менее чем в двух повторностях.

Все результаты исследования вносят в таблицу 7.

Таблица 7 – Результаты исследования дрожжевой суспензии

Повторность	Наименование показателя	Результат исследования										
		Разведение дрожжевой суспензии										
		1:10	1:10 ²	1:10 ³	1:10 ⁴	1:10 ⁵	1:10 ⁶	1:10 ⁷	1:10 ⁸	1:10 ⁹	1:10 ¹⁰	C _{др}
1	Количество клеток в 1 см ³											
	Оптическая плотность											
2	Количество клеток в 1 см ³											
	Оптическая плотность											
Среднее	Количество клеток в 1 см ³											
	Оптическая плотность											

4) Обработка результатов

На основании полученных данных строят градуировочную кривую по осям:

х – количество дрожжевых клеток в 1 см^3 ;

у – оптическая плотность.

Полученный градуировочный график используют для определения количества дрожжевых клеток в анализируемой суспензии ($C_{\text{др}}$). Для этого необходимо определить оптическую плотность суспензии и по графику найти соответствующее ей количество дрожжевых клеток.

Вопросы для самоконтроля по теме «Нефелометрические методы исследований»

1. На чём основан нефелометрический метод исследования?
2. Какие величины (показатели) можно определять нефелометрическим методом?
3. Объясните принцип устройства и работы нефелометра.
4. Каким условиям должны отвечать вещества и пробы для того, чтобы их можно было исследовать методом нефелометрии?
5. Каким требованиям должны соответствовать вещества, используемые для приготовления растворов сравнения при нефелометрическом анализе?
6. Какие факторы и как могут повлиять на точность нефелометрических измерений?
7. Какие способы обработки экспериментальных данных применяют в нефелометрии?
8. Приведите примеры лабораторных исследований, в которых используется нефелометрический метод.
9. Что называется формазиновой шкалой? Как готовят растворы для построения калибровочного графика?
10. Влияет ли на значение прозрачности температура исследуемых объектов? Обоснуйте свой ответ.
11. В каких единицах измеряется прозрачность растительных масел при нефелометрическом анализе?
12. Почему нефелометрические измерения проводят в монохроматическом свете?
13. В каком случае нельзя использовать нефелометрический метод?
14. Какой инструментарий используют для учета и подсчета дрожжевых клеток?
15. Какой закон описывает взаимосвязь интенсивности рассеянного света с концентрацией коллоидных частиц в растворе?

5 ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Согласно теории электромагнитных полей, свет представляет собой поперечную электромагнитную волну (рисунок 12).

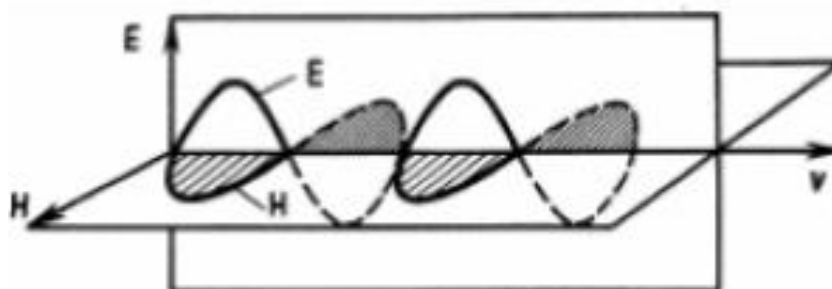


Рисунок 12 – Распространение поперечных электромагнитных волн

Векторы напряженности электрического поля E и магнитного поля H колеблются во взаимно перпендикулярных плоскостях; вектор v характеризует направление распространения электромагнитной волны (луча света). При взаимодействии света с веществом переменное электрическое поле воздействует на отрицательно заряженные электроны атомов и молекул этого вещества, в то время как действие со стороны магнитного поля на заряженные частицы незначительно. Поэтому в процессах распространения света главную роль играет вектор напряженности электрического поля E .

Преобразование естественной световой волны в такую, в которой направление колебаний вектора напряженности электрического поля E определенным образом упорядочено, называется поляризацией света.

Поляриметрия – это группа методов исследований, основанных на измерении угла вращения (поворота) плоскости поляризации света оптически активными веществами. В основу расчетов в этих методах положено нахождение угла вращения плоскости поляризации света.

В видимом свете колебания электромагнитной волны происходят в различных направлениях. Плоско-поляризованным называется свет, колебания которого происходят в одной плоскости. При упорядоченных колебаниях в определенном направлении свет поляризован линейно и обычно сохраняет первичное положение плоскости поляризации. Получить плоско-поляризованный свет можно с применением кристаллов-поляроидов, способных пропускать свет одного определенного колебания.

Принцип поляриметрии основан на том, что поток света (электромагнитные волны) при поляризации имеет характер вибрации. При пропускании через так называемый поляризационный фильтр (кристалл-поляроид) большинство вибрирующих направлений электромагнитных волн отфильтровывается, при этом остается только одно конкретное направление электромагнитных волн (лучей). Такой, осциллированный в одном направлении, свет называется «линейно поляризованным» или «плоско-поляризованным».

В соответствии с направлением вращения, различают D - и L -вращающие вещества (право- и левовращающие, обозначают символами «+» и «-»).

Например, сахароза и глюкоза вращают плоскость поляризации света вправо, а фруктоза и незаменимые аминокислоты – влево. Угол вращения смеси – величина аддитивная, то есть равная сумме углов вращения отдельных веществ.

При прохождении поляризованного света через оптически активное вещество происходит поворот плоскости поляризации на некоторый угол, который зависит от природы оптически активного вещества и растворителя, концентрации и толщины слоя раствора.

Зависимость постоянной вращения α_0 оптически активного вещества от длины волны света описывается законом Ж.-Б. Био:

$$\alpha_0 \approx 1/\lambda^2$$

– постоянная вращения оптически активного вещества зависит от температуры, свойств растворителя и длины волны света.

Угол поворота плоскости поляризации оптически активными веществами зависит от толщины слоя, концентрации раствора и свойств оптически активного вещества. Угол, на который была бы повернута плоскость поляризации под влиянием раствора, содержащего 1 г оптически активного вещества в 1 см³ при толщине слоя 1 дм, называется *удельным вращением* (α):

$$\alpha = \alpha_0 \cdot C \cdot l,$$

где C – концентрация оптически активного вещества в растворе,

l – толщина слоя раствора (длина трубки с анализируемым раствором),

α_0 – постоянная вращения.

Для растворов, оптическая активность которых обусловлена молекулярным строением растворённого вещества, угол вращения плоскости поляризации зависит, в основном, от концентрации раствора.

Основные причины искажений результатов поляриметрических исследований:

- при каждом преломлении и отражении от поверхности, не перпендикулярной направлению света, происходит изменение состояния поляризации падающего света;

- любой вид мутности и пузырей в исследуемой пробе резко снижает поляризацию, и чувствительность измерения может снизиться ниже допустимого уровня. Так же влияют загрязнения и царапины на окнах кювет и защитных стеклах источника света;

- термические и механические напряжения в защитных стеклах и окнах кювет приводят к двойному преломлению и, следовательно, к эллиптической поляризации, которая накладывается на результат измерения в виде кажущегося поворота (на неё не распространяются рассмотренные закономерности поляризации света). Так как эти явления в большинстве случаев неконтролируемы и не постоянны во времени, следует следить, чтобы механические напряжения в оптических элементах не появлялись

Прибор, основанный на измерении угла вращения плоскости поляризации света, называется *поляриметром* (некоторые модели – сахариметром).

Модель кругового поляриметра показана на рисунке 13.

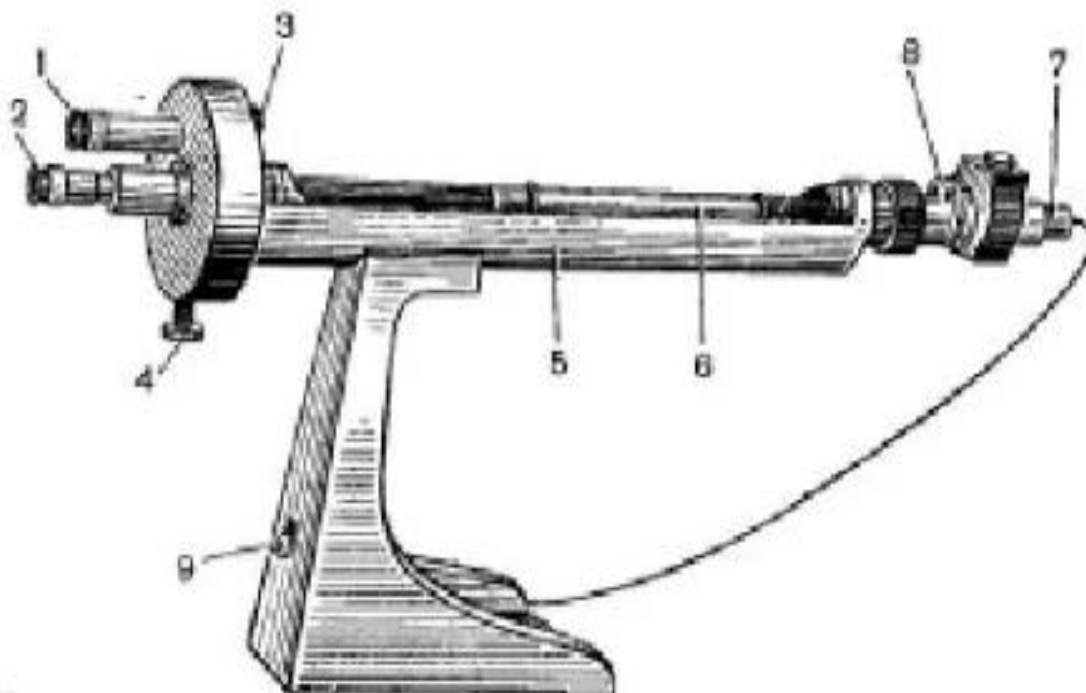


Рисунок 13 – Круговой поляриметр:

1 – лупа для отсчёта показаний по шкале, 2 – зрительная трубка, 3 – винт для установки шкалы на нуль, 4 – рукоятка передачи, 5 – камера для кюветы, 6 – поляриметрическая кювета, 7 – электрическая лампа, 8 – поворотная обойма с матовым стеклом-светофильтром, 9 – тумблер

Источником света в поляриметре служит матовая лампа накаливания мощностью 25 Вт. От неё свет проходит через специально подобранные светофильтр и поляроиды, в результате чего максимум спектрального распределения пучка соответствует желтой линии натрия.

Поляриметрическая трубка-кювета изготавливается из стекла. На трубке имеется выпуклость, необходимая для сбора пузырьков воздуха. На концах трубки укреплены металлические наконечники, на которые накручиваются крышки, прижимающие покровные стекла. Между этими крышками и покровными стеклами имеются резиновые прокладки, предохраняющие от образования натяжений в стекле при закручивании крышек.

Принцип работы поляриметра (рисунок 14) основан на том, что луч света от источника последовательно проходит через конденсор и поляризатор, трубку с раствором анализируемого раствора (проходя через который, поляризованный луч света поворачивается на определенный угол) и попадает на анализатор с отсчётным устройством.

Наблюдая через окуляр, по отсчётному устройству фиксируют (с записью в тетради) значение этого угла поворота плоскости поляризации света.

Важнейшие функции в приборе выполняют поляризатор и анализатор, изготовленные из кварца. В нулевой точке поляризатор и анализатор устанавливаются под углом 90° друг к другу, что означает, что свет не проникает в детектор (передача электромагнитных волн составляет 0 %).

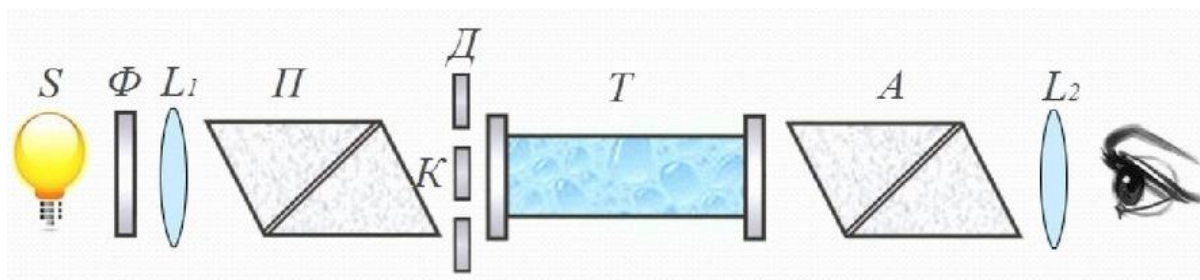


Рисунок 14 – Принципиальная схема устройства поляриметра:
S – источник света; *Φ* – фильтр; *L₁* – объектив, *Π* – поляризатор; *Д* – диафрагма;
K – кварцевая пластинка; *T* – трубка-кювета с анализируемым раствором;
A – анализатор с отсчётным устройством; *L₂* – окуляр отсчётного устройства

Зрительная трубка (см. рисунок 12) служит для наблюдения тройного поля зрения и состоит из объектива и окуляра. Движением муфты окуляр устанавливают на резкость изображения. В раковине окуляра находятся две лупы, которые позволяют, не меняя положения головы, отсчитывать угол вращения нониуса относительно шкалы лимба, на которой нанесена градуировка от 0 до 360°.

Внутри лимба на подвижной втулке, связанной с анализатором, нанесены два нониуса 4, расположенные диаметрально. Нониусы имеют по 20 делений ценой 0,05°. При больших углах вращения пользуются обоими нониусами и результатом измерения считают среднее значение из полученных отсчетов по первому и второму нониусам.

В *сахариметрах*, в отличие от поляриметров, для компенсации поворота плоскости поляризованного луча исследуемым раствором используют специальные кварцевые клинья, соответственно положению которых по шкале отсчитывают значение угла вращения. Шкала сахариметров градуирована в градусах Международной сахарной шкалы (°S или °Z). 1°S соответствует 0,26 г сахарозы в 100 см³ раствора, если измерение производится в поляриметрической трубке длиной 200 мм при 20 °С. 100° сахарной шкалы (100°S) соответствуют 34,62° угловым.

В технологической и лабораторной практике методы поляриметрии применяются для количественного анализа оптически активных веществ: простых сахаров, крахмала (предварительно гидролизованного до декстринов или простых сахаров, с последующим пересчётом на исходный крахмал), аминокислот и белков, а также для оценки ферментативной активности в сырье и полуфабрикатах. Но наиболее просто понять сущность поляриметрических измерений и расчётов на примере анализа сахарозы (сахара).

Сахар – один из основных видов сырья в кондитерском производстве. На кондитерских предприятиях сахар используется как в виде сахара-песка, так и в виде сахара-рафинада, сахарной пудры. Также может использоваться жидкий сахар – сахарный сироп с сахарного завода.

Сахар-рафинад – практически чистая сахароза (99,9 % сахарозы), сахар-песок – 99,75 % сахарозы. Сахарная пудра – измельченный сахар-песок.

Содержание влаги в сахаре-песке не более 0,14 %, он должен быть не липким, сыпучим, по цвету белым, полностью растворяться в воде и давать прозрачные растворы.

Некоторые из ниже приведенных свойств сахарозы используются в практике поляриметрических измерений:

1) растворимость сахарозы в воде увеличивается с возрастанием температуры. Например, при температуре 20 °С в 1 литре воды растворяется 2 кг сахара, а при температуре 100 °С в 1 литре воды растворяется 4,8 кг. В водно-спиртовых растворах растворимость сахарозы зависит от количества добавленной воды. В абсолютном спирте сахароза не растворяется. В присутствии других сахаров растворимость сахарозы снижается;

2) в результате гидролиза сахарозы образуется в равных количествах глюкоза и фруктоза, а их смесь называется *инвертным сахаром*;

3) вязкость раствора сахарозы зависит от концентрации и уменьшается при увеличении температуры;

4) сахароза очень гигроскопична, и наличие других сахаров увеличивает её гигроскопичность. Особенно гигроскопичны смеси сахарозы с инвертным сахаром или фруктозой;

5) сахароза и ее водные растворы устойчивы к высоким температурам. При 180–185 °С чистая сахароза начинает плавиться.

При длительном нагревании раствора сахарозы происходит ее гидролиз, который ускоряется в присутствии кислот, действующих как катализатор. При гидролизе образуется инвертный сахар, который при нагревании нестойк и легко разрушается.

Лабораторная работа 1. Определение сахарозы в растворах

При работе на поляриметре перед проведением измерений пустую поляриметрическую трубку-кювету вставляют в зрительную трубу, закрывают шторкой, включают осветитель в сеть и наблюдают в окуляр освещенность тройного поля. Если крайние поля неравномерно освещены, то перемещением осветителя добиваются их равномерного освещения.

После установки осветителя определяют начальное положение анализатора. Перемещением муфты вдоль оси добиваются резкого изображения разделяющей линии тройного поля, наблюдаемого в окуляр.

Плавное вращение анализатора с помощью фрикциона, добиваются равной затемненности изображения тройного поля (рисунок 15, б), видимого в окуляр, которое определяет начальное положение анализатора.

После установки на равную затемненность тройного поля через лупу с помощью нониуса лимба производят отсчет. Начальное положение не обязательно должно совпадать с нулевым делением градусной шкалы лимба.

Установку начального положения анализатора и отсчет делений градусной шкалы лимба следует повторить не менее 5 раз и показанием прибора считать среднее значение от полученных отсчетов. После этого наполняют поляриметрическую трубку исследуемым раствором, для чего, отвинтив крышку с

одного конца трубки, наполняют ее в вертикальном положении прозрачным раствором (мутный раствор фильтруют) до появления в верхнем конце трубки выпуклого мениска.



Рисунок 15 – Начальное положение нониуса шкалы (а) после установки поля зрения на равную затемнённость (б)

Затем сбоку надвигают покровное стекло, накладывают резиновую прокладку и закручивают крышку (в трубке не должно оставаться пузырьков воздуха). Наружные стороны покровных стекол должны быть прозрачными и без следов жидкости, которую удаляют промоканием фильтровальной бумагой.

Наполненную поляризационную трубку вставляют в зрительную трубу и закрывают шторкой. Перемещением муфты устанавливают на резкость разделяющие линии тройного поля. Затем, плавно вращая анализатор, добиваются равномерной затемненности изображения тройного поля и производят отсчет. При отсчёте определяют, на сколько полных градусов повернут нуль нониуса по отношению к лимбу, затем определяют число делений от нуля нониуса до штриха нониуса, совпадающего с градусным штрихом лимба, и умножают полученное число делений на 0,05. Полученный результат прибавляют к первому. Разность отсчетов, соответствующих фотометрическому равновесию поля с оптически активным веществом и без него, и будет соответствовать углу вращения плоскости поляризации данного раствора.

Установку на равную затемненность тройного поля и отсчет также необходимо производить не менее 5 раз.

При работе на сахариметре (рисунок 16) установка на нуль производится при отсутствии в камере поляриметрической кюветы.

Вращая рукоятку кремальерной передачи, устанавливают однородность освещения обеих половин поля зрения. При этом нулевые деления шкалы и нониуса должны совпадать (рисунок 17).

При отсутствии совпадения нониус перемещают до совмещения его нулевого деления с нулевым делением шкалы. Только после проверки нулевой точки шкалы можно приступить к измерениям.



Рисунок 16 – Сахариметр СУ-3 и кювета к нему (справа)

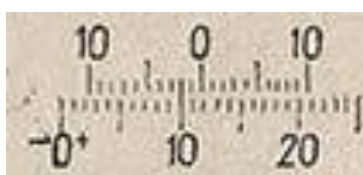


Рисунок 17 – Шкала и нониус сахариметра

В камеру прибора вкладывают поляризметрическую кювету с испытуемым раствором. При этом изменяется однородность освещения обеих половин поля зрения. Вращая рукоятку кремальной передачи, уравнивают освещенность обеих половин поля зрения и производят отсчет показаний с точностью до 0,1 деления шкалы при помощи нониуса.

Отсчет показаний повторяют 5 раз. Результатом считают среднее арифметическое пяти измерений.

На рисунке 18 слева показано положение шкалы и нониуса, соответствующее отсчету $+11,8^{\circ}\text{S}$ (нуль нониуса расположен правее нуля шкалы на 11 полных делений, и в правой части нониуса с одним из делений шкалы совмещается восьмое деление нониуса).



а



б

Рисунок 18 – Положение шкалы и нониуса сахариметра при $+11,8^{\circ}\text{S}$ (а) и $-3,2^{\circ}\text{S}$ (б)

Справа показано положение шкалы и нониуса, соответствующее отсчету - 3,2 °S (нуль нониуса расположен левее нуля шкалы на три полных деления шкалы, и в левой части нониуса с одним из делений шкалы совмещается второе деление нониуса).

Один градус сахарной шкалы соответствует 1 % сахарозы в растворе.

Для расчёта массовой доли сахарозы в исследуемом растворе следует отчитанные по шкале сахариметра °S сахарной шкалы умножить на переводной коэффициент 0,260 и разделить на плотность исследуемого раствора.

Порядок определения сахарозы методом поляриметрии регламентируется ГОСТ 12571–2013 «Сахар. Метод определения сахарозы». Метод основан на определении массовой доли сахарозы в анализируемом растворе путем измерения угла поворота плоскости поляризации света сахариметром.

Оборудование, посуда и реактивы:

- сахар-рафинад, сахар-песок;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- чашки выпарные фарфоровые;
- ступки с пестиком;
- колбы мерные вместимостью 100 см³ с пробками;
- пипетки мерные вместимостью 2 и 5 см³;
- груши резиновые;
- бумага фильтровальная;
- вода дистиллированная;
- термостат лабораторный;
- сахариметр СУ-3 и кюветы к нему.

1) Подготовка пробы

В фарфоровой чашке взвешивают 26,000 г сахара (сахар белый кусковой предварительно быстро измельчают в фарфоровой ступке пестиком), растворяют небольшими порциями теплой дистиллированной воды и переносят в предварительно взвешенную с точностью до третьего десятичного знака мерную колбу объемом 100 см³ (массу колбы записывают как m_1).

В эту колбу добавляют дистиллированную воду, ополаскивая горловину колбы, в таком объеме, чтобы уровень раствора не достигал примерно 20 мм до отметки. После этого колбу с раствором помещают в термостат на 15 минут для достижения температуры $(20,0 \pm 0,1)$ °С.

Осушают внутренние стенки горловины колбы фильтровальной бумагой до отметки. Объем раствора доводят дистиллированной водой температурой $(20,0 \pm 0,1)$ °С до отметки с помощью пипетки с вытянутым концом (либо с помощью шприца). Вновь осушают внутреннюю поверхность горловины до отметки. Колбу осушают снаружи, накрывают небольшим часовым стеклом и оставляют на 30 минут рядом с весами.

По истечении 30 минут взвешивают колбу с раствором, записывая результат взвешивания (m_2 , г) с точностью до третьего десятичного знака. Затем

закрывают колбу чистой сухой пробкой и тщательно перемешивают ее содержимое встряхиванием в руке.

2) Проведение измерений

Сначала в тетрадь записывают показания сахариметра при пустом измерительном отсеке (P_0) с точностью до второго десятичного знака. Пустую поляриметрическую кювету помещают в измерительный отсек сахариметра и записывают показания прибора (P_m) с точностью до второго десятичного знака.

Поляриметрическую кювету ополаскивают раствором, затем измеряют температуру раствора в колбе и записывают показания термометра (t_p) с точностью до одного десятичного знака. Наполняют кювету раствором так, чтобы в кювете не образовались пузырьки воздуха, закрывают покровным стеклом и прижимают головкой кюветы. Поляриметрическую кювету с боковым заполнением медленно наполняют исследуемым раствором через воронку, чтобы избежать образования воздушных пузырьков. При наполнении поляриметрические кюветы следует держать в руках минимальное время во избежание их нагрева.

Поляриметрическую кювету с раствором помещают в измерительный отсек сахариметра, следя за тем, чтобы поляриметрическая кювета и измерительный отсек находились в тепловом равновесии с комнатной температурой.

Снимают три показания сахариметра (P_p^{1-3}) с точностью до второго десятичного знака, поворачивая поляриметрическую кювету между каждым измерением на 45° .

3) Обработка результатов

Определяют значение поляризации раствора P_p , рассчитывая среднеарифметическое значение результатов трех измерений. Результат округляют до второго десятичного знака.

При использовании сахариметра без автоматической термокомпенсации значение поляризации в пересчете с температурной поправкой на 20°C ($P_{20}, ^\circ\text{S}$) рассчитывают по формуле:

$$P_{20} = (P_p - P_m) \cdot \frac{Q_{20}}{Q_t - P_0} \cdot (1 + c \cdot (t_p - 20) + 0,000144 \cdot (t - 20))$$

где P_p – значение поляризации раствора, $^\circ\text{S}$;

P_m – показание сахариметра с пустой поляриметрической кюветой, $^\circ\text{S}$;

Q_{20} – известное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляриметрическими пластинами, $^\circ\text{S}$;

Q_t – расчетное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляриметрическими пластинами при температуре измерения, $^\circ\text{S}$;

P_0 – показание сахариметра при пустом измерительном отсеке, $^\circ\text{S}$;

t_p – температура раствора в колбе, $^\circ\text{C}$;

t – температура в измерительном отсеке прибора во время измерения поляризации раствора, $^\circ\text{C}$;

c – коэффициент, зависящий от материала изготовления поляриметрических кювет: 0,000467 – для поляриметрических кювет, изготовленных из боросиликатного стекла (например, Duran, Pyrex), 0,000462 – для поляриметрических

кювет, изготовленных из оконного стекла (например, КПС), 0,000455 – для поляриметрических кювет, изготовленных из нержавеющей стали.

В случае использования сахариметра с автоматической термокомпенсацией значение поляризации, P_{20} , °S, рассчитывают по формуле:

$$P_{20} = (P_p - P_m) \cdot \frac{Q_{20}}{Q_t - P_0}$$

Значение поправки на объем, Π , определяется следующим образом. Вычисляют массу раствора (m_v , г), по формуле:

$$m_v = m_2 - m_1$$

где m_2 – масса мерной колбы с раствором, г; m_1 – масса пустой мерной колбы, г.

Полученный результат переводят в объем и находят поправку на объем к величине поляризации P_{20} , по таблице Приложения Г.

Значение истинной поляризации P определяют по формуле:

$$P = P_{20} + \Pi$$

Окончательный результат выражают в виде величины поляризации в °S с точностью до второго десятичного знака. Массовая доля сахарозы в сахаре X_1 соответствует значению истинной поляризации P .

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Лабораторная работа 2. Определение массовой доли сахарозы в сахаре

Порядок определения сахарозы методом поляриметрии регламентируется ГОСТ 12571–2013 «Сахар. Метод определения сахарозы». Метод основан на определении массовой доли сахарозы в анализируемом растворе путем измерения угла поворота плоскости поляризации света сахариметром.

Один градус сахарной шкалы соответствует 1 % сахарозы в растворе.

Оборудование, посуда и реактивы:

- сахар-рафинад, сахар-песок, бурый (коричневый) сахар, сахарная пудра;
- весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г;
- чашки выпарные фарфоровые;
- стаканы химические стеклянные или полимерные вместимостью 150–400 см³;
- ступки с пестиком;
- колбы мерные вместимостью 100 см³;
- пипетки мерные вместимостью 2 и 5 см³;
- груши резиновые;
- вода дистиллированная;
- термометр спиртовой или ртутный лабораторный с диапазоном измерения 0–100 °C;

- шкаф сушильный СЭШ-1;
- бумага фильтровальная;
- сахариметр СУ-3 и кюветы к нему.

Выполнение работы

1) Чистую мерную колбу вместимостью 100 см³ промывают водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре 40 °С, охлаждают. По достижении температуры (20±1) °С колбу взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах до третьего десятичного знака.

2) В фарфоровой чашке или стеклянном химическом стакане быстро взвешивают точную навеску сахара (26,000 г), растворяют её небольшими порциями теплой дистиллированной воды и переводят в чистую сухую мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор перемешивают легкими круговыми движениями, добавляют дистиллированную воду, ополаскивая горловину колбы, в таком объеме, чтобы уровень раствора не достигал примерно 20 мм до риски мерной колбы.

3) Колбу с раствором помещают на 15 минут в термостат для достижения температуры (20,0±0,5) °С. Пену, образовавшуюся на поверхности раствора, удаляют каплей этилового спирта. Осушают внутренние стенки горловины колбы до риски фильтровальной бумагой. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки с помощью пипетки с вытянутым концом или шприца. Вновь осушают внутреннюю поверхность горловины колбы, закрывают чистой сухой пробкой и тщательно перемешивают ее содержимое встряхиванием в руке.

4) В колбу с раствором помещают чистый сухой термометр и записывают температуру (t_p) с точностью до первого десятичного знака, при применении сахариметра с автоматической термокомпенсацией температуру раствора не измеряют. Раствор оставляют отстаиваться не менее 5 минут, затем фильтруют через бумажный фильтр, покрывая фильтровальную воронку покровным стеклом, первые 10 см³ фильтрата отбрасывают.

5) Для измерений используют сахариметр с дискретностью измерений 0,05 °Z, записывая показания сахариметра при пустом измерительном отсеке (P_0) с точностью до второго десятичного знака.

6) Пустую поляриметрическую кювету помещают в измерительный отсек сахариметра и записывают показания прибора (P_m) с точностью до второго десятичного знака.

7) Поляриметрическую кювету, заполненную дистиллированной водой, помещают в измерительный отсек сахариметра и записывают показания прибора (P_w) с точностью до второго десятичного знака.

8) Поляриметрическую кювету тщательно промывают (не менее двух раз) анализируемым раствором. Раствор наполняют так, чтобы в кювете не образовались пузырьки воздуха, закрывают покровным стеклом и прижимают головкой кюветы, избегая образования напряжения, которое может повлиять на оптическое вращение раствора. Поляриметрическую кювету с боковым заполнением медленно наполняют анализируемым раствором через воронку, чтобы из-

бежать образования воздушных пузырьков. При наполнении поляриметрические кюветы следует держать в руках минимальное время во избежание ее нагрева. Поляриметрическую кювету с раствором помещают в измерительный отсек сахариметра.

9) Записывают четыре последовательных показания сахариметра (P_p^{1-4}) с точностью до второго десятичного знака, поворачивая поляриметрическую кювету между каждым измерением на 45° ; при использовании проточной поляриметрической кюветы или кюветы с боковым заполнением показания сахариметра снимают, убирая и возвращая кювету обратно. Измеряют температуру раствора, находившегося в поляриметрической кювете t_k с точностью до первого десятичного знака.

При работе на сахариметре с автоматической термокомпенсацией температуру раствора в поляриметрической кювете t_k не измеряют.

Обработка результатов

Определяют значение поляризации раствора, P_p , вычисляя среднеарифметическое значение результатов трех измерений, округляют результат до второго десятичного знака.

При использовании сахариметра без автоматической термокомпенсации значение поляризации в пересчете с температурной поправкой на 20°C , P_{20} , $^\circ\text{Z}$, рассчитывают по формуле:

$$P_{20} = (P_p - P_m) \cdot \frac{Q_{20}}{Q_t - P_0} \cdot (1 + c \cdot (t_p - 20) + 0,000144 \cdot (t - 20))$$

где P_p – значение поляризации раствора, $^\circ\text{Z}$;

P_m – показание сахариметра с пустой поляриметрической кюветой, $^\circ\text{Z}$;

Q_{20} – известное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляриметрическими пластинами, $^\circ\text{Z}$;

Q_t – расчетное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляриметрическими пластинами при температуре измерения, $^\circ\text{Z}$;

P_0 – показание сахариметра при пустом измерительном отсеке, $^\circ\text{Z}$;

t_p – температура раствора в колбе, $^\circ\text{C}$;

t – температура в измерительном отсеке прибора во время измерения поляризации раствора, $^\circ\text{C}$;

c – коэффициент, зависящий от материала изготовления поляриметрических кювет: 0,000467 – для поляриметрических кювет из боросиликатного стекла (например, Duran, Pyrex), 0,000462 – для поляриметрических кювет из натрий-силикатного стекла (например, КПС), 0,000455 – для поляриметрических кювет из нержавеющей стали.

В случае использования сахариметра с автоматической термокомпенсацией значение поляризации, P_{20} , $^\circ\text{Z}$, рассчитывают по формуле:

$$P_{20} = (P_p - P_m) \cdot \frac{Q_{20}}{Q_t - P_0}$$

где P_p – значение поляризации раствора, °Z;

P_m – показание сахариметра с пустой поляриметрической кюветой, °Z;

Q_{20} – известное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляриметрическими пластинами, °Z;

Q_t – показание сахариметра с контрольной кюветой с кварцевыми поляриметрическими пластинами при температуре измерения, °Z;

P_0 – показание сахариметра при пустом измерительном отсеке, °Z.

Значение поправки на объем Π определяется следующим образом.

Вычисляют массу раствора m_v , г, по формуле:

$$m_v = m_2 - m_1 ,$$

где m_2 – масса мерной колбы с раствором, г;

m_1 – масса пустой мерной колбы, г.

Полученный результат переводят в объем и находят поправку на объем к величине поляризации по таблице, приведенной в приложении Г.

Значение истинной поляризации P определяют по формуле:

$$P = P_{20} + \Pi ,$$

где P_{20} – значение поляризации в пересчете с температурной поправкой на 20 °C, °Z;

Π – значение поправки на объем, °Z.

Окончательный результат выражают в виде величины поляризации в °Z с точностью до второго десятичного знака.

Массовая доля сахарозы в сахаре X , %, соответствует значению истинной поляризации. Массовую долю сахарозы в сахаре в пересчете на сухое вещество, X_2 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_2 = \frac{P \cdot 100}{100 - W}$$

где P – значение истинной поляризации, °Z;

W – массовая доля влаги в сахаре, %.

Вопросы для самоконтроля по теме «Поляриметрические исследования»

1. Охарактеризуйте явление поляризации света.
2. Какое явление положено в основу метода поляриметрии?
3. Что называют поляризованным лучом?
4. Приведите примеры веществ, обладающих оптической активностью.
5. Какую характеристику определяют на поляриметре? В каких единицах она измеряется?
6. К какой группе методов относится поляриметрический?
7. Что собой представляет угол поворота плоскости поляризации света?
8. Для контроля качества каких продуктов переработки растительного сырья применим метод поляриметрии?
9. Объясните принцип измерений на поляриметре.
10. Что называется шкалой сахариметра? В каких делениях она калибруется?
11. Как значение $^{\circ}S$ соотносится с содержанием сахарозы, %?
12. Какие факторы оказывают влияние на угол поворота плоскости поляризации?
13. Объясните, в чем разница между сахариметром и поляриметром.
14. В чём заключается подготовка поляриметра к работе?
15. Что представляет собой поляриметрическая кювета? Как с ней работают?
16. Объясните принцип отсчёта по шкале поляриметра и сахариметра.
17. В чём состоит подготовка пробы к поляриметрическим исследованиям?
18. По какой формуле можно рассчитать содержание сахара в растворе и сухом образце при использовании в работе сахариметра?
19. От каких факторов зависит достоверность результатов поляриметрических измерений?
20. Назовите причины появлений ошибок при поляриметрических измерениях и расчетах.

6 ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ

Выполнение лабораторных работ, предусмотренных настоящими методическими указаниями, связано с использованием лабораторного оборудования с движущимися рабочими органами, электронагревательных приборов и спиртовой горелки, химических реактивов, органических растворителей. В связи с этим студент должен знать правила техники безопасности при работе в лаборатории, соблюдение которых необходимо для предотвращения несчастных случаев и опасных ситуаций.

1. В лаборатории запрещено находиться в верхней одежде.

2. К выполнению лабораторной работы не допускаются студенты без защитных халатов (халат любого цвета, с длинными рукавами, застёгнутый на все пуговицы).

3. Запрещено загромождать проходы между рядами и партами сумками, пакетами и т. п.

4. Запрещается помещать какие-либо предметы на электрические розетки, в том числе на розетки, расположенные на металлических стойках.

5. Запрещается прикасаться влажными руками к электрическим розеткам, выключателям, любым электроприборам.

6. Запрещается ремонтировать, чистить или переносить приборы, находящиеся под напряжением. Включённые в сеть электроприборы нельзя оставлять без присмотра.

7. Вращающиеся части оборудования должны быть закрыты (защищены). Включать оборудование при его неисправности категорически запрещается.

8. При работе с лабораторными мельницами запрещено наполнять их более чем на 30 %. Чистить мельницу необходимо с помощью специальной кисточки после отключения прибора от сети. Запрещено перемешивать продукт в мельнице с помощью пальцев или металлических приборов (ложек, вилок, палочек и т. д.), даже если прибор отключён от сети. При размоле проб растительного сырья, при их пересыпании из ёмкости в ёмкость необходимо соблюдать осторожность во избежание попадания растительной пыли на лицо, в глаза.

9. При работе с оборудованием, имеющим высокую температуру, необходимо соблюдать осторожность во избежание ожогов, пользоваться специальными щипцами или рукавицами.

10. При работе со стеклянной посудой необходимо соблюдать предельную осторожность во избежание боя посуды и порезов. Запрещается пользоваться лабораторной посудой для еды и питья.

11. Работа должна выполняться в строгом соответствии с методикой. Запрещается самостоятельно заменять посуду и реактивы, менять продолжительность нагрева проб и вносить иные изменения в методики без разрешения преподавателя.

12. При работе с концентрированными растворами кислот, щелочей, при работе с органическими растворителями запрещается наклоняться над емкостью с этими реактивами во избежание поражения глаз и дыхательных путей.

Первая помощь при возможных несчастных случаях в лаборатории заключается в следующем.

1) В случае пореза принимают меры к прекращению кровотечения. Рану следует обработать йодной настойкой или 3%-ной перекисью водорода. На рану необходимо наложить стерильную повязку и забинтовать.

2) При тепловых ожогах нельзя смачивать обожжённое место водой. При появлении покраснения ожоги следует обработать бинтом или ватой, смоченными в 96 % этиловом спирте или 3 % растворе перманганата калия. При появлении пузырей обожжённое место обрабатывают спиртом, 3 % раствором перманганата калия или 5 % раствором танина (крепко заваренного черного чая).

Внимание! В случае любой чрезвычайной ситуации студент обязан сразу же поставить в известность преподавателя или инженера лаборатории.

Студенты, не прошедшие инструктаж по технике безопасности, с соответствующей записью в журнале, к работе в лаборатории не допускаются.

Права и обязанности студентов

1. На лабораторном занятии *студент имеет право*:

- задавать преподавателю и/или учебному мастеру вопросы по содержанию и методике выполнения работы;
- на выполнение лабораторной работы по оригинальной методике с согласия преподавателя, при безусловном соблюдении требований безопасности;
- выполнить лабораторную работу, пропущенную по уважительной причине, в согласованные с преподавателем часы, в присутствии учебного мастера;
- быть оценённым по выполненным лабораторным работам в соответствии с Положением о модульно-рейтинговой системе квалитетрии учебной деятельности студентов (МРСК).

2. *Студент обязан*:

- прибыть на лабораторное занятие ко времени, установленным расписанием, с необходимой предварительной подготовкой. К выполнению лабораторной работы допускаются студенты, подтвердившие готовность в объёме требований, содержащихся в методических указаниях к лабораторной работе и (или) в устных предварительных указаниях преподавателя;
- во время занятий соблюдать требования правил внутреннего распорядка АлтГТУ и правила поведения в лаборатории;
- после выполнения лабораторной работы оформить отчёт и представить его преподавателю для проверки с последующей защитой.

3. *Студент несёт ответственность* за:

- пропуск лабораторного занятия по неуважительной причине;
- неподготовленность к лабораторной работе;
- несвоевременную сдачу отчётов по лабораторной работе и их защиту;
- порчу имущества и нанесение материального ущерба лаборатории.

В соответствии с Положением о МРСК, студент, получивший после выполнения и защиты всех лабораторных работ по дисциплине семестровый рейтинг менее 25 баллов, не допускается к экзамену по дисциплине.

7 РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Ковалева, И.П. Методы исследования свойств сырья и продуктов питания: учебное пособие / И.П. Ковалева, И.М. Титова, О.П. Чернега. – Санкт-Петербург: Проспект Науки, 2017. – 168 с.
2. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования : учебник / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова. – Санкт-Петербург : Лань, 2012. – 480 с.
3. Романюк, Т.И. Методы исследования сырья и продуктов растительного происхождения: учебное пособие / Т.И. Романюк, А.Е. Чусова, И.В. Новикова. – Воронеж: ВГУИТ, 2014. – 161 с.
4. Методы исследования сырья и продуктов сахарного производства: теория и практика / В.А. Голыбин, Н.Г. Кульнева, В.А. Федорук, Г.С. Мирнова. – Воронеж: ВГУИТ, 2014. – 260 с.
5. Александрова, Т.П. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учебное пособие / Т.П. Александрова, А.И. Апарнев, А.А. Казакова. – Новосибирск: НГТУ, 2016. – 106 с.
6. Химические методы анализа : учебное пособие / Е. Волосова, Е.В. Пашкова, А.Н. Шипуля и др. – Ставрополь : Ставропольский государственный аграрный университет, 2017. – 48 с.
7. Физико-химические методы анализа (исследования): учебно-методическое пособие / составители Е. В. Короткая [и др.]. – Кемерово : КемГУ, 2019. – 168 с.
8. Сизова, Л. С. Аналитическая химия. Оптические методы анализа : учебное пособие / Л. С. Сизова. – Кемерово: КемГУ, 2006. – 180 с.
9. Борисов, Б.А. Водоподготовка в производстве пищевых продуктов и напитков (учебно-справочное пособие) / Б.А. Борисов, Е.Ю. Егорова, Р.А. Зайнуллин. – СПб.: ИД «Профессия», 2014. – 398 с.
10. Хабибрахманова, В.Р. Техника проведения лабораторных исследований: учебное пособие / В.Р. Хабибрахманова, С.А. Коваленко, М.А. Сысоева. – Казань: КНИТУ, 2017. – 152 с.

Допускается использование информации с официальных сайтов сети *Internet*.

8 ТРЕБОВАНИЯ К СТРУКТУРЕ И СОДЕРЖАНИЮ ОТЧЁТОВ ПО ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ

Лабораторные работы являются важной формой обучения, так как позволяют студентам углубить и расширить теоретические знания; овладеть практическими приемами по определению качества сырья, полуфабрикатов и готовой продукции; получить профессиональные навыки работы на оборудовании и приборах, используемых в лабораториях; овладеть методами экспериментальных исследований и обработки результатов.

Перед выполнением лабораторной работы студенты должны ознакомиться с объектом работы, последовательностью её выполнения, получить допуск к выполнению работы у преподавателя и, при необходимости, пройти дополнительный инструктаж по технике безопасности и охране труда. Желательно иметь заранее оформленный конспект порядка выполнения лабораторной работы.

Отчёт по лабораторной работе оформляется в рабочей тетради каждым студентом индивидуально.

В отчёте должна содержаться следующая информация:

- дата выполнения лабораторной работы;
- номер и название лабораторной работы;
- цель работы;
- описание сущности методик (без сокращений слов);
- содержание полученного студентом индивидуального задания;
- обработка полученных результатов – расчеты, полученные результаты;
- выводы по проделанной работе. В качестве вывода по каждой работе

формулируется **заключение о соответствии** (либо несоответствии) **анализируемого образца** (зерна, муки и т. д.) **по оцениваемому показателю** (влажности, кислотности и др.) **требованиям НД или справочным данным.**

Для отчёта необходимо наличие титульного листа, оформленного в соответствии с приложением А. Отчёты ко всем лабораторным работам должны быть собраны вместе, например, оформлены в одной тетради либо скреплены с помощью скоросшивателя. Титульный лист делается один, общий для отчетов по всем лабораторным работам студента.

Преподаватель проверяет каждый отчёт, подписывает его и проставляет в тетрадь баллы (в соответствии с модульно-рейтинговой системой АлтГТУ), полученные студентом при защите лабораторной работы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Форма титульного листа отчёта по лабораторной работе

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

ФГБОУ ВО «Алтайский государственный технический университет
им. И.И. Ползунова»

Институт биотехнологии, пищевой и химической инженерии

Кафедра технологии хранения и переработки зерна

Отчёт защищён с оценкой _____

Преподаватель _____

« ____ » _____ 202__ г.

ОТЧЁТ

к лабораторным работам по дисциплине

**«Лабораторные методы анализа продуктов переработки
растительного сырья»**

Студент группы _____

№ группы, фамилия, имя, отчество

Преподаватель _____

уч. степень, должность, ФИО

Барнаул 202__

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
Таблицы поправок показаний рефрактометра
на температуру и кислотность продуктов

Таблица Б.1 – Корректировка показаний рефрактометра при температуре измерений, отличающейся от (20,0±0,5) °С (выдержка из ГОСТ ISO 2173)

Температура, °С	Массовая доля растворимых сухих веществ, %, по шкале рефрактометра									
	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
	от показания прибора следует вычесть									
15	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08
	к показанию прибора следует прибавить									
21	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24
24	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32
25	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40

Таблица Б.2 – Поправка на кислотность для соков и концентрированных соков из citrusовых фруктов (выдержка из ГОСТ ISO 2173)

1	2	1	2	1	2	1	2
0,2	0,04	2,0	0,39	3,8	0,74	5,6	1,07
0,4	0,08	2,2	0,43	4,0	0,78	5,8	1,11
0,6	0,12	2,4	0,47	4,2	0,81	6,0	1,15
0,8	0,16	2,6	0,51	4,4	0,85	6,2	1,19
1,0	0,20	2,8	0,55	4,6	0,89	6,4	1,23
1,2	0,24	3,0	0,58	4,8	0,93	6,6	1,27
1,4	0,28	3,2	0,62	5,0	0,97	6,8	1,30
1,6	0,32	3,4	0,66	5,2	1,01	7,0	1,34
1,8	0,36	3,6	0,70	5,4	1,04		

Примечания: 1 – Массовая доля титруемых кислот (при pH=8,1) в расчете на безводную лимонную кислоту, (г/100 г). 2 – Поправка, % (поправка должна быть добавлена к показаниям рефрактометра, градуированного в единицах сахарозы, полученным при температуре (20,0±0,5) °С).

ПРИЛОЖЕНИЕ В
Таблицы корреляции показателя преломления
и содержания сухих веществ (сахарозы)

Таблица В.1 – Показатель преломления, соответствующий массовой доле растворимых сухих веществ по сахарозе (выдержка из ГОСТ ISO 2173)

n_D^{20}	М. д. СВ (сахарозы), %	n_D^{20}	М. д. СВ (сахарозы), %	n_D^{20}	М. д. СВ (сахарозы), %
1,3330	0	1,3829	31	1,4442	61
1,3344	1	1,3847	32	1,4465	62
1,3359	2	1,3865	33	1,4488	63
1,3373	3	1,3883	34	1,4511	64
1,3388	4	1,3902	35	1,4535	65
1,3403	5	1,3920	36	1,4558	66
1,3418	6	1,3939	37	1,4582	67
1,3433	7	1,3958	38	1,4606	68
1,3448	8	1,3978	39	1,4630	69
1,3463	9	1,3997	40	1,4654	70
1,3478	10	1,4016	41	1,4679	71
1,3494	11	1,4036	42	1,4703	72
1,3509	12	1,4056	43	1,4728	73
1,3525	13	1,4076	44	1,4753	74
1,3541	14	1,4096	45	1,4778	75
1,3557	15	1,4117	46	1,4803	76
1,3573	16	1,4137	47	1,4829	77
1,3589	17	1,4158	48	1,4854	78
1,3605	18	1,4179	49	1,4880	79
1,3622	19	1,4201	50	1,4906	80
1,3638	20	1,4222	51	1,4933	81
1,3655	21	1,4243	52	1,4959	82
1,3672	22	1,4265	53	1,4985	83
1,3689	23	1,4286	54	1,5012	84
1,3706	24	1,4308	55	1,5039	85
1,3723	25	1,4330	56		
1,3740	26	1,4352	57		
1,3758	27	1,4374	58		
1,3775	28	1,4397	59		
1,3793	29	1,4419	60		
1,3811	30				

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
Значения поправок к величине поляризации

Таблица Г.1 – Значения поправок к величине поляризации P_{20} , учитывающие отклонение объема раствора в колбе вместимостью от 100 см³

m_{v1} , Г	V , см ³	Поправка, ‘	m_{v2} , Г	V , см'	Поправка, ‘
109.461	99.600	-0.200	109.670	100.010	+0.010
109.471	99.610	-0.190	109.680	100.020	+0.020
109.461	99.620	-0.180	109.690	100.030	+0.030
109.491	99.830	-0.170	109.700	100.040	+0.040
109.501	99.640	-0.160	109.710	100.050	+0.050
109.511	99.850	-0.150	109.720	100.060	+0.060
109.521	99.660	-0.140	109.730	100.070	+0.070
109.531	99.670	-0.130	109.740	100.080	+0.080
109.541	99.680	-0.120	109.750	100.090	+0.090
109.551	99.690	-0.110	109.760	100.100	+0.100
109.561	99.900	-0.100	109.770	100.110	+0.110
109.571	99.910	-0.090	109.780	100.120	+0.120
109.581	99.920	-0.080	109.790	100.130	+0.130
109.591	99.930	-0.070	109.800	100.140	+0.140
109.601	99.940	-0.060	109.810	100.150	+0.150
109.610	99.950	-0.050	109.820	100.160	+0.160
109.620	99.960	-0.040	109.830	100.170	+0.170
109.630	99.970	-0.030	109.840	100.160	+0.180
109.640	99.980	-0.020	109.850	100.190	+0.190
109.650	99.990	-0.010	109.860	100.200	+0.200
109.660	100.00	±0			

Пример: при $m_z - m_s = 109,717$ г. по таблице определяют $V = 100.060$ см⁹ и поправку, которая составит + 0.060·Z.

Учебное издание

Александра Сергеевна ЗАХАРОВА
Светлана Сергеевна КУЗЬМИНА
Елена Юрьевна ЕГОРОВА

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНОГО АНАЛИЗА СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ И ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ

Учебно-методическое пособие к дисциплинам
«Лабораторные методы анализа продуктов переработки растительного сырья»
и «Пищевые дисперсные системы»
для студентов направления подготовки
«Продукты питания из растительного сырья», «Пищевые системы»
(уровень бакалавриата, магистратуры, аспирантуры)
очной и заочной форм обучения

Издано в авторской редакции

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования «Алтайский государственный
технический университет им. И.И. Ползунова»,
656038, г. Барнаул, пр-т Ленина, 46

[В начало](#)