



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Башкирский государственный аграрный университет»

Приложение к ОПОП ВО

Методические указания к выполнению лабораторных работ

Б1.В.ДВ.02.01 МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРОДУКЦИИ ПИТАНИЯ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
к выполнению лабораторных работ

Направление подготовки
19.04.04 Технология продукции и организация общественного питания

Профиль
Технология органической, функциональной и специализированной продукции общественного питания

Квалификация (степень) выпускника
Магистр

Уфа 2024

Составитель: Л.И.Пусенкова, к.с.-х.н., доцент кафедры ТОП и ПРС

Рецензент: Ф.А. Гафаров, к.с.-х.н., доцент кафедры ТММ и химии

Методические указания рассмотрены и одобрены на заседании методической комиссии факультета пищевых технологий 21.03.2024 г. (протокол №8).

г. Уфа, ФГБОУ ВО Башкирский ГАУ, кафедра технологии общественного питания и переработки растительного сырья

ОГЛАВЛЕНИЕ

I. Указания к проведению лабораторных работ	4
Лабораторная работа № 1 Определение массовой доли общего сахара	4
Лабораторная работа № 2. Определение витаминов в продукции	8
Лабораторная работа № 3 Определение содержания антиоксидантов	11
Лабораторная работа № 4 Определение кислотного и перекисного числа жира в продукции.....	14
Лабораторная работа № 5 Определение содержания пектина	18
II. Указания к самостоятельной работе	21

І. УКАЗАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ТЕМА: ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО САХАРА В ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы – освоить методику химического (йодометрического) способа количественного определения общего сахара в мучных изделиях.

Пищевые продукты содержат дисахариды (сахароза, мальтоза, лактоза) и моносахара (глюкоза, галактоза, фруктоза). Определить каждый сахар достаточно трудно, поэтому на практике определяют условные показатели «массовая доля общего сахара» и «массовая доля редуцирующих веществ».

Редуцирующие вещества (сахар до инверсии)- это все сахара, восстанавливающие щелочной раствор меди или других поливалентных металлов, т.е. они легко окисляются. Сахароза превращается в редуцирующие сахара после гидролиза (инверсии).

Общий сахар (сахар после инверсии) – сумма всех сахаров (редуцирующих и сахарозы), способных восстанавливать поливалентные металлы после проведения инверсии.

Для количественного определения содержания сахара в хлебобулочных и мучных кондитерских изделиях предусматриваются физико-химические (фотоэлектроколориметрический, поляриметрический) и химические (перманганатный, йодометрический, феррицианидный) методы.

Химические методы основаны на способности сахаров окисляться в щелочной среде, восстанавливая при этом другие химические вещества. Количество восстановленного вещества эквивалентно содержанию сахара в исследуемом растворе.

Во всех методах определение содержания общего сахара состоит из трех основных стадий:

- приготовления водной вытяжки, т.е. извлечения сахара из взятой навески водой и осаждения из раствора мешающих нес сахаров, которые искажают результат определения;
- гидролиза (инверсии) сахарозы в полученном растворе;
- количественного определения общего сахара по его редуцирующей способности.

Цель гидролиза. В хлебобулочных изделиях содержится большое количество сахарозы, которая при брожении теста не успела гидролизироваться инвертазой дрожжей до редуцирующих веществ. Поскольку сахароза не обладает редуцирующей способностью, то ее необходимо превратить в инвертный сахар. Проводят гидролиз, нагревая вытяжку с определенным количеством соляной кислоты, катализирующей инверсию. После гидролиза

кислоту нейтрализуют, так как определение сахаров возможно только в щелочной среде.

Сущность йодометрического метода. Окислителем сахаров служит жидкость Фелинга, состоящая из двух реактивов, смешиваемых перед самым определением: Фелинг 1 – раствор сернокислой меди и Фелинг 2 – щелочной раствор сегнетовой соли. При кипячении точного количества жидкости Фелинга с исследуемым раствором редуцирующего сахара двухвалентная медь (Cu^{2+}) восстанавливается сахаром до оксида одновалентной меди (Cu^+). Дальнейший анализ сводится к точному определению восстановленной меди. Так как жидкость Фелинга берется в избытке, то часть меди окажется невосстановленной и останется в окисной форме (Cu^{2+}). Чтобы определить избыточное количество окисной меди, в охлажденную жидкость добавляют раствор йодистого калия (KI) и H_2SO_4 . Количество выделившегося свободного йода эквивалентно содержанию остатка двухвалентной меди. Йод титруют раствором тиосульфата натрия: количество израсходованного тиосульфата (V_1) эквивалентно содержанию остатка окисной меди (Cu^{2+}). Затем таким же образом проводят контрольный опыт, заменяя анализируемый раствор дистиллированной водой. При этом вся медь в растворе будет двухвалентной, свободного йода выделится значительно больше и соответственно на титрование затратится больше тиосульфата (V_2). Количество меди, восстановленной сахарами, выраженное в сантиметрах кубических 0,1 н. раствора тиосульфата, определяется по разности $V_2 - V_1$.

Оборудование, вспомогательные материалы, посуда, реактивы. Весы лабораторные; водяная баня; электроплитка; секундомер; термометр; ступка; пестик; мерные колбы вместимостью 250 и 100 cm^3 ; круглые плоскодонные колбы вместимостью 100 cm^3 ; колбы конические вместимостью 50 и 250 cm^3 ; бюретки вместимостью 50 и 250 cm^3 ; пипетки на 1, 2, 5, 10 и 50 cm^3 ; воронки стеклянные; 15%-й раствор сернокислого цинка; 0,1 н. раствор гидроксида натрия или калия; 20%-й раствор соляной кислоты; 0,2%-й спиртовой раствор метилового красного; 10%-й раствор гидроксида натрия; 6,95-й раствор сернокислой меди; щелочной раствор сегнетовой соли (калия-натрия виннокислого); 30%-й раствор йодистого калия; 1%-й раствор крахмала; 0,1М раствор тиосульфата натрия (натрия серноватистокислового); 25%-й раствор серной кислоты; фильтровальная бумага; дистиллированная вода.

Массовая доля общего сахара определяется в следующих образцах:

- 1 вариант – батон нарезной;
- 2 вариант – сдобное изделие;

Ход определения

1. **Приготовление водной вытяжки материала** Сначала определяют подходящую для анализа массу навески исследуемого продукта, исходя из расчета, что концентрация сахара в водной вытяжке должна составлять примерно 0,5%. Для удобства можно воспользоваться таблицей 1.

Таблица 1. Соотношение между массой навески продукта и предполагаемым содержанием сахара

Предполагаемая массовая доля сахара на сухое вещество продукта, %	Масса навески на мерную колбу вместимостью 250 см ³
2 – 5	30
6 – 10	15
11 – 15	10
16 – 20	7

Пробу продукта измельчают в ступке. Берут рассчитанную (указанную) навеску с погрешностью не более 0,005 г, с помощью воронки с широкой трубкой переносят ее в мерную колбу вместимостью 250 см³, заполняют колбу дистиллированной водой (температура 60 – 70°С) примерно на 2/3 объема и оставляют при комнатной температуре на 5 мин, периодически взбалтывая. Затем осаждают сахара, добавляя 10 см³ 15%-го раствора сернокислого цинка и 10 см³ 0,1 н. гидроксида натрия (калия), тщательно перемешивают, доводят водой до метки, перемешивают и оставляют на 15 мин. Далее жидкость фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Фильтрат должен быть прозрачным.

2. *Гидролиз сахарозы.* В круглую плоскодонную колбу вместимостью 100 см³ помещают пипеткой 50 см³ фильтрата, добавляют 5 см³ 20%-ного раствора HCl, погружают колбу в водяную баню, предварительно нагретую до 70°С, и выдерживают в ней 8 мин. После быстрого охлаждения до комнатной температуры вносят в колбу две капли раствора метилового красного и добавляют по каплям, постоянно (интенсивно) перемешивая содержимое, 10%-й раствор NaOH до появления желтовато-розовой окраски (пипеткой на 1-2 см³). После нейтрализации содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу на 100 см³, водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор используют для определения массы доли сахара.

3. *Количественное определение общего сахара йодометрическим методом.* Берут две конические колбы из термостойкого стекла вместимостью 50 см³, в одну из них наливают 3 см³ воды, а в другую – 3 см³ гидролизованной водной вытяжки (или ее разведения, если концентрация сахара окажется слишком высокой). В обе колбочки приливают по 1 см³ 6,9%-го раствора сернокислой меди и перемешивают. Затем в каждую колбу добавляют по 1 см³ раствора калия-натрия виннокислого, ставят колбочки на плитку, доводят до кипения и кипятят ровно 2 мин с момента закипания. После этого колбы помещают в ледяную баню для быстрого охлаждения до комнатной температуры. К охлажденному контрольному и опытному растворам прибавляют по 1 см³ 30%-го раствора йодистого калия и по 1 см³ 25%-й серной кислоты. Выделившийся при этом йод немедленно титруют из бюретки 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, после чего

прибавляют три- четыре капли 1%-го раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Объем раствора, пошедшего на титрование опытной пробы фиксируют и обозначают V_1 , а объем раствора, пошедшего на титрование контрольной пробы – V_2 .

Обработка результатов. Массовую долю сахара M в анализируемом изделии в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$M = \frac{C \cdot K \cdot 100 \cdot 100}{M(100 - W)}, \text{ где}$$

$C = V_1 - V_2, \text{ см}^3$;

K – коэффициент пересчета на определенный вид сахара (глюкоза – 3,3; фруктоза – 3,7; сахароза – 3,4; мальтоза – 5,4);

m – масса вещества во взятой для определения вытяжке, мг;

W – массовая доля влаги в исследуемом материале, %.

Для определения окончательного результата следует провести не менее двух анализов и рассчитать среднее арифметическое значений, полученных в параллельных опытах.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в контрольном опыте (V_2)	см^3
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в основном опыте (V_1)	см^3
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ эквивалентное восстановленной сахаром одновалентной меди ($V_2 - V_1$)	см^3
Количество продукта, взятое для определения в мерную колбу объемом $V \text{ см}^3$ (m)	г
Количество продукта, соответствующее 50 см^3 вытяжки, взятой для гидролиза ($50 m/V$)	г
Количество продукта, которому соответствует 3 см^3 вытяжки, ($3 \cdot 50 m/100V$)	г
Массовая доля влаги продукта	%
Коэффициент пересчета на определенный вид сахара (K)	
Содержание сахара в пересчете на сухое вещество (M).....	%
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Какими методами определяют содержание общего сахара?
2. Основные этапы процесса определения общего сахара.
3. В каких условиях и для какой цели проводят гидролиз сахарозы?
4. Для чего продукт обрабатывают раствором сернистого цинка и гидроксида натрия?
5. Принцип йодометрического метода.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ТЕМА: Определение содержания витаминов в продукции

Цель работы: освоить методы определения витаминов С, Р, каротина в продукции.

Материалы и оборудование:

- 2%-ный раствор HCl;
- 1%-ный раствор KJ;
- 0,001 Н раствор KJO₃;
- 0,5%-ный раствор крахмала;
- 0,01 М раствор KMnO₄;
- раствор индигокармина;
- весы лабораторные;
- плитка электрическая;
- фотоэлектроколориметр
- ступки фарфоровые с пестиком; колбы мерные на 100 см³; воронки; колбы конические на 100 см³; цилиндры мерные на 25 см³; пипетки на 1 см³, 2 см³, 5 см³; стаканы стеклянные на 100 см³.

1 Общие сведения

Аскорбиновая кислота - антицинготный витамин. В растениях витамин С может существовать в двух формах: восстановленной - в форме аскорбиновой кислоты, и окисленной - в форме дегидраскорбиновой кислоты. В сбалансированном окислении и восстановлении витамина С заключена его биологическая роль в живой клетке как промежуточного переносчика водорода.

Витамин Р (рутин) объединяет группу биологически активных веществ (биофлавоноидов), обладающих способностью нормализовывать проницаемость капилляров, способствовать снижению проницаемости сосудистой стенки, повышая её прочность. В группу веществ, обладающих свойствами витамина Р, входит около 150 биофлавоноидов: гесперидин, кумарины, антоцианы, катехины и др., широко представленных в растениях. В растениях биофлавоноиды всегда сопровождают витамин С, т.к. стабилизируют его работу. Высокая биологическая активность флавоноидов обусловлена наличием антиоксидантных свойств. В биологическом действии вита-мина Р много общего с витамином С. Эти два витамина взаимно усиливают свое биологическое действие в организме человека. Биофлавоноиды содержатся только в продуктах растительного происхождения, вместе с которыми поступают в организм человека. В животных тканях они не накапливаются, а подвергаются окислительному распаду.

Каротин – желто-оранжевый пигмент растений. Помимо красящих свойств эти вещества обладают провитаминой активностью, так как, распадаясь в живом организме, легко превращаются в витамин А.

2 Порядок выполнения работы

2.1 Определение аскорбиновой кислоты

Метод определения аскорбиновой кислоты основан на её редуцирующих свойствах, в частности, способности восстанавливать йодат калия до свободного йода, появление которого определяют по реакции с крахмалом.

Растительный материал размельчают на пластмассовой терке и берут для анализа 2-10 г. Навеску тщательно растирают в фарфоровой ступке, экстрагируют аскорбиновую кислоту водой и количественно переносят в мерную колбу на 100 см³. Ступку несколько раз смывают водой, сливая в колбу, после чего раствор доводят до метки. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стаканчик или колбу.

Отбирают в конические колбочки емкостью 100 см³ 10 см³ фильтрата, приливают 1 см³ 2% HCl, 0.5 см³ 1% раствора KI и 2 см³ 0,5% раствора крахмала. Смесь разбавляют водой примерно до 20 см³, перемешивают и титруют из микробюретки 0.001 Н раствором KIO₃ до устойчивого синего окрашивания. Все операции по определению аскорбиновой кислоты следует проводить быстро (в течение 10 мин). Параллельно ведут контрольное титрование смеси применявшихся реактивов (вместо 10 см³ фильтрата берут 10 см³ воды).

Содержание аскорбиновой кислоты в мг% (X) вычисляют по формуле, исходя из положения, что 1 см³ 0,001 Н раствора йодата калия соответствует 0,08806 мг аскорбиновой кислоты.

$$X = \frac{(a - b) K \cdot 0,08806 \cdot 1000}{C}$$

где (a - b) - разность между количеством см³ 0,001 Н йодата калия, пошедшего на титрование опытного и контрольного образца;
K - поправка к титру раствора йодата калия;
c - масса исследуемого материала, отобранного на анализ, г.

Результаты занести в таблицу 1.

Таблица 1 - Содержание аскорбиновой кислоты в растительном сырье

Наименование показателя измерения	Численное значение показателя		
	1 определение	2 определение	Среднее значение
1 Масса навески, г (с)			
2. Кол-во КJО ₃ на титрование опытного раствора, см ³ (а)			
3 Кол-во КJО ₃ на титрование контрольного раствора, см ³ (в)			
4 Содержание витамина С, мг%			
5 Отклонение между определениями, %			

2.2 Определение содержания витамина Р

Навеску 1 г размельчают на терке, заливают 50 см³ горячей дистиллированной воды и кипятят в течение 5 мин.

Полученный экстракт охлаждают, фильтруют, отбирают 10 см³ фильтрата в другую колбу, куда добавляют еще 10 см³ дистиллированной воды и 5 капель индигокармина (появляется синее окрашивание).

Титруют при тщательном перемешивании раствором перманганата до появления устойчивой желтой окраски.

Экспериментально установлено, что 1 см³ 0,01 М раствора КMnO₄ окисляет 6,4 мкг рутина. Для расчета содержания (мкг/г) витамина Р используют следующую формулу:

$$X = \frac{6,4 \cdot A \cdot V}{V_2 \cdot m},$$

где содержание витамина Р, мкг/г;

6,4 – пересчетный коэффициент титрования;

A – объем КMnO₄, пошедший на титрование, см³;

V₁ – объем, в котором растворена взятая для анализа навеска, см³;

V₂ – объем раствора, взятый для титрования, см³;

m – масса навески, г

Результаты занести в таблицу 2.

Таблица 1 - Содержание витамина Р в растительном сырье

Наименование показателя измерения	Численное значение показателя		
	1	2 определение	Среднее
1 Масса навески, г (m)			
2 V ₁ , см ³			
3 V ₂ , см ³			
4 Объем КMnO ₄ , пошедший на титрование, см ³ (A)			
5 Содержание витамина Р, мкг/г			
6 Отклонение между определениями, %			

2.3 Определение содержания β -каротина

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

1 см³ сока помещают в мерную колбу на 50 см³, доводят объем этиловым спиртом до метки, перемешивают и фильтруют. В фильтрате определяют оптическую плотность при длине волны 450 нм, в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве контроля используется этиловый спирт.

Содержание β -каротина (в мг/100 см³) рассчитывают по формуле:

$$K = D \cdot 0,00208 \cdot 50 \cdot 100,$$

где D – оптическая плотность раствора;

0,00208 – количество β -каротина в мг раствора, соответствующее по окраске стандартного образца;

50 – разведение, см³.

3 Задания

- 3.1 Определение аскорбиновой кислоты в растительном сырье
- 3.2 Определение содержания витамина Р в растительном сырье
- 3.3 Определение содержания витамина β -каротина в сырье

Контрольные вопросы

1. Физиологическая роль витамина С в организме человека.
2. Принцип метода определения витамина С в растительном сырье
3. Физиологическая роль витамина А в организме человека.
4. Принцип колориметрического метода определения каротина.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

ТЕМА: ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АНТИОКСИДАНТОВ

Цель работы: Освоение методов определения антиоксидантов (антоцианов, флаваноидов) в растительном сырье.

Материалы и оборудование:

- 1%-ный раствор соляной кислоты;
- 70%-ный раствор этилового спирта;
- 3%-ный раствор кислоты уксусной кислоты;
- 5% - ный раствор алюминия хлорида;
- стандартный образец рутина;
- обратный водяной холодильник;
- водяная баня;
- спектрофотометр.

1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

В роли сильных антиоксидантов выступают органические соединения, полифенолы, защищающие клетки от свободных радикалов, которые могут

повредить клеточные мембраны, генетический материал, липиды и белковые структуры. Одна из трех групп полифенолов – флавоноиды, которые значительно снижают риск сердечных заболеваний.

Антоцианы ответственны за синий, фиолетовый или красный цвет фруктов и овощей. Эти соединения очень чувствительны к высокой температуре и имеют высокую биологическую активность. Антоцианы обладают противовоспалительными свойствами и выделяются на фоне других соединений сильной антиоксидантной активностью. Антиоксидантная сила этих органических соединений в 50 раз выше по сравнению с витамином С. Эти ценные вещества обеспечивают защиту от ущерба, вызванного солнцем. Они способствуют улучшению зрения, кровообращения. Присутствуют в большом количестве в черноплодной рябине, черной смородине, клубнике, винограде, вишне, ягодах бузины, чернике, ежевике, малине, гранате, клюкве. Богаты ими некоторые овощи - красный лук, красная капуста, свекла, баклажаны.

Уровень полифенолов в пищевых продуктах во многом зависит от того, как они хранятся, и от методов, используемых для приготовления пищи. Обработка и очистка растительной пищи снижает уровень антиоксидантов в рационе.

2 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

2.1 Определение содержания антоцианов

Количественное определение антоцианов проводится спектрофотометрическим методом, путем измерения оптической плотности кислотного извлечения при длине волны 520 нм.

Около 0,3 г измельченного сырья помещают в колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 100 мл 1%-го раствора соляной кислоты, колбу выдерживают на водяной бане при температуре 40-45°C 15 мин. Извлечение фильтруют через вату в мерную колбу на 250 мл. Вату с сырьем снова помещают в колбу, прибавляют 100 мл 1%-го раствора соляной кислоты, предварительно смывая частицы сырья с воронки в колбу, и повторяют экстрагирование указанным выше способом. Затем содержимое колбы фильтруют через вату в ту же мерную колбу. Сырье на воронке промывают 40 см³ 1%-го раствора соляной кислоты. После охлаждения фильтрата доводят объем извлечения 1%-м раствором соляной кислоты до метки. Полученное извлечение фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 10 см³ фильтрата, и измеряют оптическую плотность фильтрата на спектрофотометре при длине волны 510 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют 1%-й раствор HCl.

Содержание суммы антоцианов в пересчете на цианидин-3,5-диглюкозид в абсолютно сухом сырье в процентах (x) вычисляют по формуле:

$$X = D \cdot 250 \cdot 100 / (453 \cdot m(100 - b)),$$

где D - оптическая плотность испытуемого раствора;
453 — удельный показатель поглощения цианид-3,5-диглюкозида в 1%-м растворе соляной кислоты;

m - навеска сырья, г;

b - потеря в массе при высушивании сырья, %. (Волобуева В.Ф., Шатилова Т.И. Практикум по биохимии овощных, плодовых, ягодных, эфирноносных и лекарственных культур. М.: ФГОУ ВПО РГАУ – МСХА им. К.А. Тимирязева, 2008. 135 с.)

2.2 Определение содержания суммы флаваноидов

Аналитическую пробу сырья, измельчают до размера частиц, проходящих сквозь сито (ТУ 23.2,2068-89) с отверстиями диаметром 1 мм. Около 1.0 г (точная навеска) измельченного сырья, помещают в колбу со шлифом вместимостью 250 мл, прибавляют 100 мл 70% этилового спирта и взвешивают с погрешностью +0,01 г. Колбу присоединяют к обратному водяному холодильнику, нагревают на кипящей водяной бане в течение 45 минут, периодически встряхивая для смывания частиц сырья со стенок. Колбу с содержимым искусственно охлаждают до комнатной температуры, взвешивают и при необходимости доводят до первоначальной массы спиртом этиловым 70%. Извлечение фильтруют через бумажный фильтр, смоченный тем же спиртом, отбрасывая первые 10 мл фильтрата.

2 мл извлечения помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, прибавляют 5 мл 5% раствора алюминия хлорида в 70% этиловом спирте и через 10 мин 1 мл 3% раствора кислоты уксусной. Объем раствора доводят тем же спиртом до метки и оставляют на 30 минут.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 410 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор, состоящий из 2 мл извлечения, 1 мл 3% раствора кислоты уксусной и доведенный спиртом этиловым 70% до метки в мерной колбе вместимостью 25 мл.

Параллельно измеряют оптическую плотность раствора стандартного образца рутина (PCO), приготовленного аналогично испытуемому раствору.

Содержание суммы флаваноидов в процентах (X) в пересчете на рутин и абсолютно сухое сырье вычисляется по формуле:

$$X = \frac{D \cdot m_o \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{D_o \cdot m \cdot 2 \cdot 100 \cdot (100 - W)}$$

где D - оптическая плотность испытуемого раствора;

D_o - оптическая плотность раствора стандартного образца (PCO) рутина;

m - масса сырья в граммах;

m_o - масса PCO рутина в граммах;

W - потеря в массе при высушивании сырья в процентах.

Провести статистическую обработку по общепринятой методике.

3 ЗАДАНИЯ

3.1 Определение содержания антоцианов

3.2 Определение суммы флавоноидов

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Роль полифенольных соединений в организме.
2. В чем заключается принцип метода определения антоцианов?
3. Изложите суть метода определения суммы флавоноидов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

ТЕМА: ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО И ПЕРЕКИСНОГО ЧИСЛА ЖИРА В ПРОДУКЦИИ

Цель работы: Освоение методов определения жировых чисел растительных масел.

Материалы и оборудование:

- насыщенный раствор NaCl;
- 0,1 н водный раствор KOH;
- 0,5%-ный раствор фенолфталеина
- 0,5 н спиртовой раствор KOH;
- 0,5 н. раствор HCl;
- 1 %-ный раствор фенолфталеина;
- спирт этиловый 96%;
- 0,2 спиртовой раствор йода;
- 0,1 н водный раствор гипосульфита;
- 0,5%-ный раствор крахмала;
- водяная баня;
- конические колбы на 250 см³, на 500 см³ с пробками, бюретки для титрования; пипетки Мора на 5 см³ цилиндры на 25 см³

1 Общие сведения

Качество масла, его происхождение определяют путём исследования физико-химических показателей, характеризующихся **жировыми числами**, главными из которых являются **кислотное число**, **число омыления** и **йодное число**. **Кислотное число** - это количество мг едкого кали, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащееся в 1 г жира. Кислотное число указывает на количество свободных жирных кислот, оставшихся неиспользованными при биосинтезе масла во время созревания семян, или начавшуюся порчу масла, которая сопровождается увеличением содержания свободных жирных кислот.

Число омыления - это количество мг едкого кали, необходимое для нейтрализации свободных и связанных с глицерином жирных кислот,

содержащихся в 1 г жира. Характеризует среднюю величину молекулярного веса триацилглицеринов, входящих в состав жира.

Йодное число - количество мг йода, связываемое 100 г жира. Характеризует степень непредельности жирных кислот, входящих в состав жира, т.к. присоединение йода идёт по месту двойных связей. Йодное число – важная константа жира, так как от него зависят физические и химические свойства жира и его биологическая ценность: чем больше йодное число масла, тем выше его биологическая ценность, но тем легче оно окисляется при хранении и при использовании его в пищевых производствах, связанных с термическими воздействиями на масло.

2 Порядок выполнения работы

2.1 Определение кислотного числа

Масло нейтрализуют титрованным раствором КОН, в результате чего между едким кали и находящимися в масле свободными жирными кислотами происходит следующая реакция:



По количеству раствора КОН, затраченного на нейтрализацию кислот, судят о величине кислотного числа.

В коническую колбу емкостью 100 см³ пипеткой Мора наливают 5 см³ растительного масла (предварительно определив его вес), приливают 50 см³ насыщенного раствора NaCl и 10 капель раствора фенолфталеина. Колбу закрывают крышкой и хорошо встряхивают. Полученную смесь титруют 0,1 н раствором КОН до появления устойчивого розового окрашивания. Для его достижения после прибавления каждой порции раствора щелочи (4-5 капель) колбу закрывают пробкой и сильно встряхивают. Окраска не должна исчезать в течении 0,5-1 мин. Кислотное число (X) вычисляют по формуле:

$$K = \frac{5,61}{c} \cdot V, \text{ где}$$

c – навеска масла, г;

V – количество 0,1 н раствора КОН, израсходованное на титрование масла, мл; 5,61 - коэффициент пересчета объема 0,1 н раствора КОН в миллиграммы, т.е. в 1 мл 0,1 н раствора КОН содержится 5,61 мг КОН;

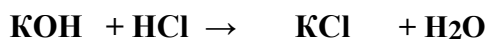
Содержание свободных жирных кислот в масле можно выражать также не кислотным числом, а процентом свободных жирных кислот от веса масла. Условный расчет ведут на свободную олеиновую кислоту, широко распространенную в большинстве растительных масел. Для этого кислотное число умножают на коэффициент 0,503.

2.2 Определение числа омыления

Масло кипятят с избытком титрованного раствора едкого кали, в результате чего происходит гидролиз триглицеридов: Освободившиеся кислоты реагируют с едким кали:



По этой же схеме реагируют и свободные жирные кислоты, содержащиеся в масле. Избыток щелочи, которая не прореагировала с жирными кислотами, оттитровывают соляной кислотой:



Число омыления рассчитывают по количеству щелочи, затраченной на связывание всех кислот масла.

В коническую колбу на 250 см³ помещают навеску около 2г масла и прибавляют пипеткой Мора 25 см³ 0,5н спиртового раствора KOH. Колбу соединяют с обратным холодильником, охлаждаемым водой и нагревают на слабо кипящей водяной бане. Омыление считается законченным, когда жидкость и кол-бе станет прозрачной. Затем смесь титруют в теплом виде 0,5 н раствором HCl

и прибавлением 10-15 капель 1%-ного раствора фенолфталеина. Параллельно проводят контрольное определение с таким же количеством KOH, но без масла (кипятят на бане, затем оттитровывают соляной кислотой).

Число омыления вычисляют по формуле:

$$K.O. = \frac{(a - b) \times 28,055}{c},$$

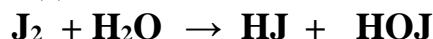
где (a - b) - разность результатов титрования контрольного и опытного образцов, мл 0,5 н раствора HCl;

28,055 - коэффициент пересчета результатов титрования в мг KOH, ч .с. 1 мл 0,5 н. раствора HCl эквивалентен 28.055 мг KOH;

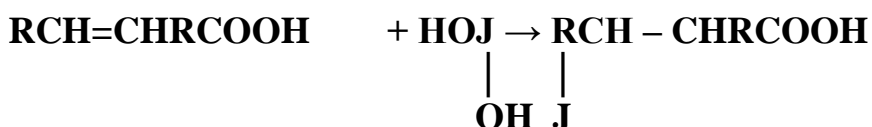
c - навеска исследуемого масла, г

2.2 Определение йодного числа

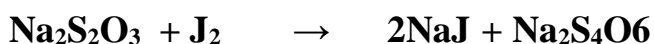
Определение основано на способности йода реагировать с водой в присутствии ненасыщенных соединений:



Ненасыщенные соединения поглощают выделяющуюся йодноватистую кислоту, присоединяя ее по месту двойных связей:



Избыток йода, который не прореагировал с жирными кислотами, оттитровывается раствором гипосульфита:



В коническую колбу емкостью 500 см³ с хорошо пришлифованной пробкой отвешивают 0,2-0,3 г масла и добавляют 30 см³ спирта для растворения на-вески. Затем отмеряют пипеткой Мора 25 см³ 0,2 н. спиртового раствора йода, смешивают, приливают 200 см³ дистиллированной воды и хорошо встряхивают, закрыв пробкой. Параллельно проводят контрольный опыт без масла. Колбы с исследуемым маслом и контрольную оставляют стоять в течение 15 мин, после чего титруют 0,1 н раствором гипосульфита до слабо-желтого цвета. Затем добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при сильном взбалтывании до исчезновения голубой окраски. Обесцвечивание раствора наступает обычно от одной последней капли раствора гипосульфита.

Йодное число вычисляют по формуле:

$$Y = \frac{(a - b) \cdot 0,01269 \cdot 100}{c},$$

где (а - в) - разность результатов титрования контрольного и опытного образцов в мл 0,1 н раствора гипосульфита;

0,01269 - коэффициент пересчета израсходованного раствора гипосульфита в йод в г, т. е. 1 мл 0,1 н раствора гипосульфита эквивалентен 0,01269 г йода;

с - навеска масла, г.

Для исследования берутся несколько образцов растительных масел с сроками и способами хранения. Каждая бригада анализирует один образец и результаты исследований вносит в сводную таблицу (табл. 3.2.1). После обсуждения результатов делаются выводы о влиянии вида и качества масла на жировые числа.

Таблица 3.2.1 - Жировые числа растительных масел

№ п/п	Вид масла	Сроки способ хранения	Кислотное число		Число омыления, мг КОН	Йодное число, мг J ₂
			мг КОН	% олеиновой кислоты		
1						
2						

3 Задания

- 2.1 Определение кислотного числа
- 2.2 Определение числа омыления
- 2.2 Определение йодного числа

Контрольные вопросы

1. Состав и строение растительных масел.
2. Кислотное число, принцип определения.
3. Йодное число и его изменение при хранении растительных масел.

4. Классификация растительных масел в зависимости от значения йодного числа.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

ТЕМА: ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПЕКТИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ

Цель работы: Освоение метода определения пектиновых веществ в растительном сырье карбазольным методом.

Материалы и оборудование:

- 0,013N – ный раствор соляной кислоты;
- 1%-ный раствор лимоннокислого аммония;
- серная кислота;
- 0,15%- ный раствор карбазола;
- спирт–ректификат;
- весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности $\pm 2,0$ мм;
- ЭК – 60М или КфК-2-УХЛ 4.2;
- водяная баня;
- бюретки на 25 или 50см³;
- колбы конические и мерные на 50см³.

1 Общие сведения

Пектиновые вещества, как один из самых распространенных полисахаридов растительного пищевого сырья, в достаточном количестве содержатся в плодах, ягодах, корнеплодах, растительных волокнах, а также входят в состав клеточных стенок. В присутствии кислот и сахара пектиновые вещества образуют желе и студни, на чём основано их широкое применение в кондитерской промышленности.

Протопектины - нерастворимые в воде вещества, в которых пектиновая кислота связана с другими веществами - крахмалом, целлюлозой, гемицеллюлозами и т.д. Протопектины как бы цементируют растительные волокна между собой. От соотношения пектиновых веществ и протопектина в растительной клетке зависит степень зрелости и консистенция плода. В недозрелых плодах содержится преимущественно протопектин. По мере созревания плодов происходит распад части протопектина до растворимого в воде пектина. Этот процесс идет под действием фермента протопектиназы, а также органических кислот, содержащихся в плодах.

Пектиновые вещества, обладающие хорошими коллоидными свойствами, имеют лечебное значение. Пища, богатая пектинами, связывает соли желчных кислот и снижает уровень холестерина в крови, а также обладает способностью адсорбировать из организма вредные токсины.

Пектиновые вещества оказывают существенное влияние на консистенцию плодов и их развариваемость при консервировании, застудевание фруктовой продукции с сахаром, осветление плодовых соков, величину отходов при протирании томатов и т.д..

2 Порядок выполнения работы

Метод основан на способности пектиновых веществ давать розовое окрашивание в присутствии карбазола.

2.1 Построение калибровочной кривой

1г пектина яблочного или цитрусового, промытого несколько раз спиртом-ректификатом и высушенного, до постоянной массы в эксикаторе, растворяют в 100см³ воды (стандартный раствор).

В мерных колбах на 50см³ разводят стандартный раствор таким образом, чтобы в 1см³ содержалось от 50 до 500мкг пектина. Затем из каждой колбы берут по 1см³ вытяжки и обрабатывают также, как пробы.

Колориметрирование проводят на фотоэлектроколориметре, длина волны 540нм, с рабочей гранью кюветы 10-20мм.

2.2 Проведение испытания

Измельчённую навеску средней пробы 1г помещают в коническую колбу, заливают 50см³ спирта и кипятят с обратным холодильником в течение 30мин. Осадок отфильтровывают. Продукты, богатые полисахаридами, обрабатывают спиртом 2-3 раза с последующим кипячением на водяной бане.

Обессахаренный остаток на фильтре используют для определения растворимого в воде пектина и протопектина.

2.3 Получение раствора водорастворимого пектина.

Фильтр с осадком помещают в ту же колбу для экстракции и заливают 30см³ дистиллированной воды, выдерживают при температуре 50-60⁰С на бане 30 мин, фильтруют в мерную колбу емкостью 50см³ через бумажный фильтр, промывая небольшими количествами горячей дистиллированной воды. Охлаждённый фильтрат доводят до метки мерной колбы дистиллированной водой.

2.4 .Извлечение протопектина

Фильтр с осадком вновь помещают в ту же колбу, где проводили экстракцию, заливают 20см³0,013N HCl, нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником 1 час. Экстракт отфильтровывают в другую мерную колбу на 50см³, промывая очень малым количеством тёплой воды. Фильтр с осадком отжимают, помещают в колбу для экстракции, заливают 20см³ 1% лимоннокислого аммония и выдерживают на кипящей водяной бане 30 мин с обратным холодильником. Экстракт отфильтровывают в ту же мерную колбу на 50см³, промывая небольшим количеством горячей воды и после охлаждения доводят до метки.

В две пробирки, находящиеся в штативе, отмеряют по 1см³ подготовленных экстрактов и из бюретки по 6см³ концентрированной H₂SO₄, поставив пробирки в холодную воду или ёмкость со льдом. Содержимое

тщательно перемешивают, выдерживают на кипящей водяной бане 20 мин, охлаждают. В одну из пробирок наливают 0,2см³ раствора 0,15% карбазола, тщательно перемешивают, оставляют на 1 час 30 мин. Фотометрирование проводят на ФЭК, светофильтр - зеленый, с длиной волны 540нм, с рабочей гранью кюветы 10-20мм. В качестве контроля используют экстракт из пробирки с H₂SO₄, без добавления карбазола.

2.5 Обработка результатов

$$X \% = \frac{C \times V \times 100}{A \times B \times 1000000}, \% \text{ где } -$$

C – содержание пектина мкг/см³ (находится по калибровочной кривой);

V – общий объём вытяжки, см³;

100 – пересчёт в %;

A – навеска, г;

1000000 – перевод в мкг;

B – объём вытяжки, взятый для анализа, см³.

6. Пример расчёта

Навеска исследуемого образца составила 1,0г; показание ФЭК при измерении оптической плотности пробы растворимого пектина составил 70нм, что по калибровочному графику соответствует 58мкг/в см³; объём вытяжки в мерной колбе 50см³.

$$X = \frac{58 \times 50 \times 100}{1 \times 1 \times 1000000} = 0,29\%$$

3 Задания

- 3.1 Построение калибровочной кривой
- 3.2 Проведение испытания
- 3.3 Получение раствора водорастворимого пектина
- 3.4 Извлечение протопектина
- 3.5 Обработка результатов

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Функции пектиновых веществ в растительной клетке.
2. Получение и применение пектина в пищевой промышленности.
3. Принцип карбазольного метода выделения и количественного определения пектина в растительном сырье.

II. УКАЗАНИЯ К САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЕ

Самостоятельное изучение теоретического материала осуществляется по следующим темам:

1 Введение в дисциплину (модуль 1). Физические методы контроля

качества. Сухой и мокрый способы разложения. Термическое разложение. Экстракция, сорбция, твердофазная микроэкстракция. Автоклавный способ пробоподготовки в анализе продукции.

2 Оптические методы контроля качества продукции (модуль 1).

Молекулярная спектроскопия в анализе пищевых объектов. Люминесцентная спектроскопия. Рентгенфлуоресцентный, рентгеноспектральный анализ продукции. Пектины и их анализ с помощью инфракрасных излучений. Виды количественного полярографического метода: расчетный метод, калибровочного графика, стандартных растворов и метод добавок.

3 Электрохимические методы контроля качества продукции (модуль 1).

Переменно-токовая полярография. Дифференциальная импульсная полярография. Осциллографическая полярография

4 Хроматографические методы контроля качества продукции (модуль 1).

Хромато-масс-спектрометрический анализ пищевой продукции. Хроматографические адсорбенты, детекторы. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Адсорбционная хроматография. Газовая хроматография. Адсорбционная хроматография. Распределительная и другие виды хроматографии: на бумаге, в тонком слое, газожидкостная и ионообменная. Проникающая и аффинная хроматография.

5 Методы контроля безопасности продукции (модуль 2).

Изучение СанПин ГОСТов, МУ, учебных, методических, пособий по изучаемому вопросу.

Подготовка к лабораторным работам заключается в следующем:

Изучение ГОСТов, методических указаний, методик определения показателей качества продукции (оборудование, реактивы, ход анализа, подготовка форм для оформления результатов работы).