



Кафедра инфекционных
болезней, зоогигиены
и ветсанэкспертизы

Б1.Б.32 ВЕТЕРИНАРНО-САНИТАРНАЯ ЭКСПЕРТИЗА

Лабораторная работа

Санитарное исследование животных жиров

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Специальность 3.36.05.01 Ветеринария

Квалификация выпускника

Ветеринарный врач

Рекомендовано к изданию методической комиссией факультета биотехнологий и ветеринарной медицины (протокол № 9 от 29.03.2018 г.).

Составители: канд.биол.наук, старший преподаватель Галиева Ч.Р.

Ответственная за выпуск: зав. каф. инфекционных болезней, зоогигиены и ВСЭ, д-р биол.наук, профессор Андреева А.В.

1 Цели работы

- 1) Научиться осуществлять технoхимический контроль для установления сортности жира и соответствия его требованиям стандарта.
- 2) Овладеть методикой исследования жира на доброкачественность.

2 План занятия

- 1) Провести органолептическое исследование жира.
 - а) Определение цвета.
 - б) Определение запаха и вкуса.
 - в) Определение прозрачности.
 - г) Определение консистенции.
- 2) Провести лабораторные исследования жира.
 - а) Определение кислотного числа.
 - б) Определение влаги.
 - в) Реакция с нейтральным красным.
 - г) Определение перекисей.
 - д) Реакция на альдегиды.
 - е) Определение числа омыления.
 - ж) Определение природы желтого окрашивания.
 - з) Люминесцентный анализ.
- 3) По результатам исследований дать заключение о сортности и доброкачественности представленных проб жира.

3 Порядок отбора проб

При поступлении пищевых топлeных животных жиров необходимо тщательно изучить ветеринарное свидетельство – форма № 2 или справку – форма № 4 или номер либо двумерный матричный штриховой код электронного ВСД, удостоверение о качестве, товаротранспортную накладную, ги- гиенический сертификат и сертификат соответствия. Этот комплект документов выписывается на каждую партию.

Для проверки качества жира от каждой партии отбирают 10% единиц

упаковки, но не менее 5 единиц (бочек, ящиков). Под однородной партией понимают любое количество жира одного вида и сорта, одной даты выработки и оформленное одним документом о качестве. От партии жира, расфасованного в потребительскую тару вместимостью не более 500 г (пачки, банки), отбирают одну упаковку от каждых 100.

На предприятии - изготовителе пробы отбирают из каждого приемника, отстойника или сборники для слива жира в цистерну. При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному из показателей проводят повторную проверку на удвоенном количестве единиц упаковки или удвоенном объеме проб от той же партии. Результаты повторных испытаний считаются окончательными и распространяются на всю партию.

Из каждой отобранной единицы упаковки берут разовые пробы. Для этого применяют специальные пробоотборники (щупы): для жиров жидкой консистенции - трубчатые (диаметр 25 мм) или цилиндрические (цилиндр 60X100 мм, прикрепленный к металлическому пруту), для жиров мажеобразной и плотной консистенции - трубчатые с прорезью, для взятия твердых жиров к трубчатому щупу можно прикрепить столярный коловорот или же использовать специальный трубчатый щуп с прорезью по всей длине, с нижним заостренным концом и массивной устойчивой рукояткой. Щуп должен проходить через всю толщу жира. При исследовании твердых жиров разрешается проводить отбор проб на глубину около 50 см от поверхности (перед этим поверхность жира зачищают ножом). Масса общей пробы должна быть не менее 600 г. Общую пробу направляют в лабораторию, где расплавляют жир до мажеобразной консистенции на водяной бане, тщательно перемешивают и получают среднюю пробу.

На колхозные рынки животные жиры поступают обычно в небольшом количестве. Поэтому масса пробы, изымаемой для исследования жира-сырца, топленого жира, шпика составляет 200 г. Куски шпика для исследования берут от каждой туши. Для проведения физико-химического анализа жир - сырец и шпик измельчают и перетапливают на водяной бане при температуре 60-

65°C. Вытопленный жир фильтруют и исследуют, как описано ниже.

Если лаборатория находится вне предприятия, где отобрана средняя проба жира, последнюю помещают в стеклянную или металлическую, выстланную пергаментом, банку, плотно закрывают крышкой (пробкой), опечатывают, наклеивают этикетку с указанием жира и номера партий или пробы, и сопровождают актом отбора проб. В акте указывают: наименование отправителя и предприятия - изготовителя, вид, сорт жира, номер стандарта и партии, даты выработки и отбора проб, цель исследования, фамилии и должности лиц, отобравших пробы.

4 Органолептические исследования

4.1 Определение цвета

В сухую чистую пробирку из бесцветного стекла диаметром 1,5 -2 см наливают расплавленный жир и помещают в стакан с холодной водой на 1-2 час. Затем пробирку внимают из стакана и определяют цвет жира. Цвет жира разных видов животных может быть белым или желтым. Разлагающийся жир становится темно-серым, а при глубоких стадиях порчи - коричневым или зеленым. Пестрота окраски служит показателем порчи жира или наличия в нем посторонних примесей.

4.2 Определение прозрачности

В чистый цилиндр или широкую пробирку помещают около 100 мл расплавленного в водяной бане жира и просматривают в проходящем дневном свете. Жир доброкачественный - прозрачный, жир недоброкачественный или технический - мутный.

4.3 Определение запаха и вкуса

Для установления запаха жир размазывают тонким слоем на предметном стекле. На вкус исследуют только доброкачественные пищевые жиры. Для определения вкуса небольшой кусочек жира кладут на язык. Исследуемую пробу после определения вкуса не проглатывают. Работу проводят при комнатной температуре. Запах и вкус доброкачественного жира каждого вида животного - специфические, без посторонних привкусов или горечи. Испорченный жир

имеет запах затхлый, прогорклый или стеарина. Вкус такого жира остро-горький.

4.4 Определение консистенции

Консистенцию определяют при комнатной температуре путем надавливания на жир шпателем. Доброкачественный жир животных разных видов имеет плотную, твердую, мазеобразную консистенцию. Несвойственная жиру консистенция есть показатель его порчи или фальсификации.

5 Лабораторные исследования

5.1 Определение кислотного числа

Кислотное число - показатель степени распада жировой молекулы, свободные жировые молекулы накапливаются при гидролизе и окислительной порче жира. Выражают кислотное число количеством миллиграммов едкого калия, необходимых для нейтрализации свободных жирных кислот в 1 г жира.

Определяют кислотные число в растопленном жире, растворенном в смеси спирта с эфиром. Жирные кислоты переходят в раствор, и их можно оттитровать щелочью. В 1 мл 0,1 Н раствора едкого калия содержится 5,61 мг кристаллической щелочи, для вычисления кислотного числа количество мл едкой щелочи, пошедшей на титрование, умножают на 5,61 и полученное произведение делят на количество граммов в навеске жира, взятой для анализа.

Техника определения. В химический стакан вместимостью 150-200 мл взвешивают около 3-5 г жира, расплавляют на водяной бане и приливают 50 мл смеси спирта с эфиром в соотношении 1:2. Растворяют жир, прибавляют 3-5 капель 1% спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1Н р-ром едкого калия или едкого натрия до появления не исчезающего в течение минуты розового окрашивания. Кислотное число вычисляют по формуле 1.

$$X = \frac{A \cdot 5,61}{B}, \quad (1)$$

где X - кислотное число;

A - количество мл 0,1 Н р-ра щелочи, пошедшее на титрование;

B – масса навески жира, г;

5,61 - количество мг едкого калия, содержащегося в 1 мл 0,1 Н р-ра.

Примечание: смесь спирта с эфиром предварительно нейтрализуют, к ней добавляют несколько капель 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют до появления розового окрашивания 0,1Н едким калием.

Оценка результатов. Животные жиры высших сортов имеют кислотное число до 1,2 первых сортов - до 2,2, сборные - до 3,5

5.2 Определение влаги

Содержание воды в пищевых жирах не должно превышать установленных норм (таблица 1). Повышенное содержание воды является показателем, свидетельствующим о нарушении технологического режима вытопки и отстаивания жира. В таких жирах ускоряются процессы гидролитического распада.

Техника определения. Бюкс высушивают при температуре 102-105 °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Вносят в нее 2-3 г исследуемого жира, взвешивают и высушивают при такой же температуре до постоянной массы.

При исследовании жира, взятого сразу же после вытопки, первое взвешивание проводят после высушивания в течение 30 мин, последующие - через 15 мин. Постоянная масса считается достигнутой, если уменьшение массы при двух последних взвешивания не превышает 0,0002 г. Если после очередного взвешивания будет установлено увеличение массы, то для расчета берут наименьшую массу бюкса с жиром. Содержание влаги (X,%) определяют по формуле 2.

$$X = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100}{M} \quad (2)$$

где M_1 - масса бюкса с жиром до высушивания, г;
 M_2 - масса бюкса с жиром после высушивания, г;
 M - масса навески исследуемого жира, г.

Разница между результатами параллельных определений не должна превышать 0,05%.

Оценка результатов. Животные жиры высших сортов содержат влагу не более 0,2% (0,25 % свиной и костный), первых сортов - 0,8 %, сборный - 0,5%.

Таблица 1 Показатели пищевых животных жиров

Показатели	Сорт и вид жира			
	высший	первый	высший	первый
	говяжий		бараний	
Цвет при 15-20 °С	От бледно-желтого до желтого		От белого до бледно-желтого	
Запах и вкус	Характерный для данного вида жира, вытопленного из свежего сырья. Для высших сортов без посторонне-го, для первых - допускается приятный, поджаристый			
Прозрачность в расплавленном состоянии	Прозрачный	Прозрачный	Прозрачный	Прозрачный
Прозрачность в единицах шкалы фотоэлектроколориметра, не бо-лее	40	40	40	40
Консистенция при 15-20°С	Плотная и твердая		Плотная или твердая, для курдючного-мазеобразная	
Содержание влаги, не более (%)	0,20	0,30	0,20	0,30
Кислотное число, не более	1,1	2,2	1,2	2,2
	свиной		конский	
Цвет при 15-20 С	Белый, допускается бледно-голубой оттенок	Белый, допускается желто-ватый или сероватый отте-нок	Желто-оранжевый	Желто-оранжевый, допус-кается сероватый или зе-леноватый оттенок.
Запах и вкус	Характерный для данного вида жира, вытопленного из свежего сырья. Для высших сортов - без по-стороннего, для первых - допускается приятный поджаристый.			
Прозрачность в расплавленном состоянии	Прозрачный	Прозрачный	Прозрачный	Прозрачный
Прозрачность в единицах шка-лы фотоэлектроколориметра, не более	40	40	45	45
Консистенция при 15-20 С	Мазеобразная или плот-ная	Зернистая	Мазеобразная или плотная	
Содержание влаги, не более (%)	0,25	0,30	0,25	0,30
Кислотное число, не более	1,1	2,2	1,2	2,2

Продолжение таблицы 1 Показатели пищевых животных жиров

Показатели	Вид и сорт жира		
	Костный		Сборный
	высший	первый	
Цвет при 15-20 °С	От белого желтого, допускается зеленоватый оттенок.	От белого до желтого, допускается сероватый оттенок.	От белого до темно-желтого, допускается сероватый оттенок.
Запах и вкус	Характерный для данного вида жира, вытопленного из свежего сырья, для высших сортов без постороннего, для первых допускается приятный поджаристый.		Характерный для животного жира, допускается запах и вкус поджаристый, бульона и шкварки.
Прозрачность в расплавленном состоянии	Прозрачный	Прозрачный	Допускается мутность
Прозрачность в единицах шкалы фотоэлектроколориметра, не более	45	45	-
Консистенция при 15-20 °С	Плотная	Мазеобразная	Жидкая, мазеобразная или плотная
Содержание влаги, не более	0,25	0,30	0,50
Кислотное число, не более	1,2	2,2	3,5

5.3 Реакция с нейтральным красным

Эта реакция является качественной реакцией на низкомолекулярные жирные кислоты, которые накапливаются при окислительной порче жира. Количество низкомолекулярных жирных кислот определяет рН жира, от которого зависит цвет нейтрального красного. Цвет его в кислой среде - красный, в щелочной - желтый, в окисленном состоянии - красновато-фиолетовый, в восстановленном - бесцветный.

Техника определения. В фарфоровую ступку помещают 0,5-1 г жира, приливают 1 мл свежеприготовленного 0,01% раствора нейтрального красного. Жир с краской тщательно размещают пестиком или стеклянной палочкой, затем краску сливают, оставшиеся капли краски смывают водой и определяют цвет жира. Оценка результатов приведена в таблице 2.

Таблица 2 Показатели свежести животных жиров по реакции с нейтральным красным

Жир свиной и бараний		Жир говяжий	
окраска	свежесть	окраска	свежесть
От желтой с зеленоватым оттенком до желтой	Свежий	От желтой до коричневой	Свежий
От темно-желтой до коричневой	Свежий, не подлежащий хранению	От коричневой до коричнево-розовой	Свежий, не подлежащий хранению
От коричневой до розовой	Сомнительной свежести	От коричнево-розовой до розовой	Сомнительной свежести
От розовой до красной	Испорченный	От розовой до красной	Испорченный

5.4 Качественная реакция на перекиси

(по Винтилеску и Попеску)

Перекиси образуются в начальной стадии окислительной порчи жира. Сущность реакции заключается в том, что в жир вносят фермент пероксидазу (свежую кровь) и индикатор - гваяковую смолу. Перекиси расщепляются с освобождением атомарного кислорода, который, в свою очередь, окисляет гваяковую смолу, которая приобретает голубую окраску.

Реакцию на перекиси в жире возможно ставить и с бензидином, тогда по-

ложительный результат отмечают по появлению зеленой окраски.

Техника определения. В пробирку помещают около 5 г жира, расплавляют на водяной бане, добавляют 5 капель свежей крови, 5-10 капель 5% спиртового раствора гваяковой смолы и 5 мл теплой дистиллированной воды. Смесь встряхивают.

Оценка результатов. При наличии в жире перекисей смесь окрашивается в интенсивно голубой цвет (реакция положительная). Появление любой другой окраски считается реакцией отрицательной.

5.5 Количественное определение перекисей (перекисного числа)

Перекисным числом называют количество граммов йода, выделенное из йодистого калия перекисями, содержащимся в 100 г жира. Определение перекисного числа основано на способности перекисей в кислой среде окислять йодистый калий с освобождением молекулярного йода.

Жиры растворяют в смеси уксусной кислоты с хлороформом

Выделившийся йод оттитровывают раствором гипосульфита натрия, используя в качестве индикатора крахмал. На ход реакции оказывает влияние кислород воздуха, поэтому необходимо параллельно ставить контрольный опыт (без жира).

Техника определения. В колбу отвешивают 0,8 г жира (с точностью до 0,0002 г), 10 мл ледяной уксусной кислоты и 10 мл хлороформа. К полученному раствору добавляют 0,5 мл свежеприготовленного насыщенного водного раствора йодистого калия. Колбу закрывают пробкой и встряхивают, ставят в темное место на три мин, затем добавляют 100 мл воды, приливают 1 мл 1%-ного раствора крахмала, после чего раствор приобретает синий цвет. Затем производят титрование 0,01 Н раствором гипосульфита до исчезновения синего окрашивания.

Для контрольного опыта берут те же количества реактивов, но без жира.

Перекисное число вычисляют по формуле 3.

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0.00127 \cdot 100 \cdot K}{c}, \quad (3)$$

где a - количество 0,01 Н гипосульфита, пошедшего на титрование раствора с жиром, мл;
 b - то же в контрольном опыте;
 0,00127 - количество йода, связывающее 1 мл 0,01 Н раствора гипосульфита;
 c – масса навески жира, г;
 K - поправка к титру.

Оценка результатов. Свежий жир, подлежащий хранению длительному, имеет перекисное число до 0,03,

Свежий, не подлежащий хранению - от 0,03 до 0,06

Жиры сомнительной свежести (подлежащие перетопке или оцениваемые как жиры низкого качества) - от 0,06 до 0,1

Жиры испорченные (технические) - более 0,1

5.6 Качественные реакции на альдегиды

Альдегиды образуются на более глубоких стадиях окислительной порчи жира в результате разрыва молекулы жирной кислоты на место образования перекисей. При разложении и окислении глицерина накапливается эпигидриновый альдегид, обладающий выраженными токсическими свойствами.

Реакция основана на свойстве эпигидринового альдегида в присутствии кислот (соляной, серной) вступать в реакцию конденсации с многоатомными фенолами (флюороглуцин, резорцин). При этом образуются окрашенные соединения.

1) Реакция с флюороглуцином в эфире (по Крейсу)

В пробирку помещают 3-5 г жира, расплавляют его на водяной бане, добавляют равные объемы концентрированной соляной кислоты (уд. масса 1,19) и 1% раствора флюороглуцина в эфире. Пробирку тщательно встряхивают. При наличии альдегидов нижний слой в пробирке окрашивается в красный цвет.

2) Реакция с резорцином в бензоле (по Видману)

В пробирку помещают 3-5 г жира, расплавляют на водяной бане, добавляют такие же объемы концентрированной соляной кислоты и насыщенного раствора резорцина в бензоле. При наличии альдегидов появляется красно - фиолетовое окрашивание.

3) Реакция с флюороглюцином в ацетоне (по Видману)

В пробирку расплавляют 3-5 жира, добавляют к нему такой же объем 1%-ного раствора флюороглюцина в ацетоне и 2-3 капли концентрированной серной кислоты, закрывают резиновой пробкой и встряхивают. При наличии альдегидов нижний слой содержимого в пробирке окрашивается в красный цвет.

5.7 Люминесцентный анализ

Животные и растительные жиры обладают способностью к первичной флуоресценции. Она обусловлена входящими в их состав пигментами (каротинами), витаминами (А, Д, Е), насыщенными жирными кислотами (линолевой, линоленовой, арахидоновой), полициклическими ароматическими углеводами и др. при окислительной порче в жирах образуется перекиси, альдегиды, циклические соединения и др. Они изменяют интенсивность и спектр флуоресценции жиров.

Техника определения. Жир помещают в пробирку из бесцветного стекла и растапливают. Для облучения берут 2 мл растопленного жира. Люминесцентный анализ проводят в темной комнате. Исследователь, наблюдающий свечение, должен быть в очках. К исследованию приступают после 10 минутного прогрева ртутно-кварцевой лампы прибора. Пробирку с жиром помещают в поток ультрафиолетовых лучей (угол падения лучевого потока должен быть около 45°), после чего устанавливают спектральный состав и интенсивность свечения фильтра

Оценка результатов. Жир доброкачественный флуоресцирует серо-желтым цветом, сомнительной свежести - слабо розовым или голубым, испорченный - красно - фиолетовым или фиолетовым.

5.8 Определение числа омыления

Числом омыления называют количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных и связанных жирных кислот в 1 г жира. Омылением называется реакция воздействия щелочей на жиры, в результате которой получают глицерин и соли жирных кислот (мыло). На значение числа омыления влияет содержание в жире свободных жирных кислот и, осо-

бенно, низкомолекулярных. Если при гидролизе произойдет вымывание глицерина, то число омыления будет возрастать. Эта константа при сопоставлении ее с кислотным числом может служить показателем окислительной порчи жира.

Техника определения. В колбу, изготовленную из стойкого к воздействию щелочи стекла, отвешивают 2 г жира и добавляют 25 мл 0,5 Н раствора гидроксида калия в 90⁰ –ном спирте и несколько кусочков пемзы. Колбу закрывают пробкой, в которую вмонтирована трубочка, длиной около 60 см, помещают в кипящую водяную баню и кипятят в течение 1 часа при периодическом взбалтывании. К прозрачному теплomu раствору добавляют 0,5 мл 0,1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,5 Н раствором соляной кислоты до появления стойкого розового окрашивания. Параллельно ставят контрольный опыт с теми же реактивами, но без жира.

Число омыления определяют по формуле 4.

$$X = \frac{28,05 \cdot (a - б)}{H}, \quad (4)$$

где 28,05 – количество гидроксида калия, эквивалентное титру 0,5 Н раствора соляной кислоты, мг;
а – объем кислоты, израсходованной в контрольном опыте, мг;
б - объем кислоты, израсходованной в основном опыте, мг;
Н – масса навески жира, г.

Оценка результатов. Число омыления доброкачественного жира различных видов животных имеет следующие значения: говяжий жир – 190-200, бараний – 192-198, свиной – 193-200.

5.9 Определение природы желтого окрашивания жира

Интенсивная желтая окраска жира может быть связана с физиологическими процессами (увеличение концентрации естественных пигментов жира – липохромов при плохом кормлении животных, накопление в жире пигментов кормового происхождения) или с различными заболеваниями, при которых в жире откладывается желчный пигмент билирубин. Продукты убоя животных с признаками физиологической желтушности жира для здоровья человека не опасны, и они допускаются к использованию для пищевых целей. При патоло-

гических желтухах желчные пигменты придают мясу, жиру и бульону неприятный запах, горьковатый привкус и другие нежелательные свойства. Такие продукты подлежат технической утилизации. Поэтому установление природы желтого окрашивания жира имеет практическое значение.

Метод основан на том, что при нагревании щелочь вызывает омыление жира и освобождение его пигментов. В этиловом эфире билирубин, как более тяжелый, концентрируется внизу, а пигменты кормового происхождения и липохромы – вверху.

Техника определения. В пробирку помещают 2 г измельченного жира и приливают 5 мл 5 %-ного раствора едкого натра. Смесь подогревают, а затем кипятят в течение одной минуты. Пробирку встряхивают, охлаждают под струей водопроводной воды до 40-50 °С и осторожно добавляют в нее 2-3 мл этилового эфира и 1-2 капли 96 °-ного этилового спирта. Содержимое пробирки перемешивают легким покачиванием.

Оценка результатов. При наличии билирубина нижний слой эфира окрашивается в желто-зеленый цвет. Пигменты кормового происхождения и липохромы придают верхнему слою эфира желтую окраску.

6 Вопросы для самоконтроля знаний

- 1) Порядок отбора проб жира от однородных партий в бочках (ящиках), из отстойников растопленного жира, от партий жира в мелкой (потребительской) таре - банках, пачках.
- 2) Каков порядок взятия пробы жира на колхозных рынках?
- 3) Какие инструменты применяют для отбора разовых проб жира?
- 4) Как оформляют и отправляют отобранные пробы жира в лабораторию, находящуюся вне предприятия - изготовителя?
- 5) По каким органолептическим показателям устанавливается сорт жира и его доброкачественность?
- 6) Какие факторы влияют на величину кислотного числа жира?
- 7) С чем связано накопление в жире низкомолекулярных жирных кислот

и принцип их определения при помощи нейтрального красного?

8) Каков механизм накопления перекисей в жире и принцип определения?

9) Какое санитарное значение имеет накопление в жире альдегидов?

10) Что называют числом омыления жира? Что влияет на значение данного числа?

11) На чем основан метод определения природы желтого окрашивания жира?

12) С чем связано накопление пигментов в жировой ткани?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Боровков, М. Ф. Ветеринарно-санитарная экспертиза с основами технологии и стандартизации продуктов животноводства [Электронный ресурс]: учебник / М. Ф. Боровков, В. П. Фролов, С. А. Серко ; под ред. М. Ф. Боровкова. – СПб. ; М. ; Краснодар : Лань, 2013. – 480с. – Режим доступа: <http://e.lanbook.com/book/45654>

2. Смирнов, А.В. Практикум по ветеринарно-санитарной экспертизе [Текст]: учеб. пособие / А.В. Смирнов. – СПб.: ГИОРД, 2009. – 336 с

3. Журавская, Н.К. Технологический контроль производства мяса и мясо-продуктов [Текст]: учебник / Н.К. Журавская, Б.Е. Гутник, Н.А. Журавская. - М.: Колос, 1999. - 176 с.

4. Жиры животные топленые пищевые анализа [Текст]: [ГОСТ 25292-82](#). – Введ. 1982-01-01. – М.: Издательство стандартов 7 с.

5. О безопасности пищевой продукции [Электронный ресурс]: ТР ТС 021/2011.- утв. Решением Комиссии Таможенного союза от 09.12.2011 г. №880.- Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/>.