

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ТЕРНОПІЛЬСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ІВАНА ПУЛЮЯ**

**Кафедра харчової
біотехнології і хімії**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Технологічна експертиза виробництва харчової продукції»
(Частина II «Гігієнічна експертиза харчової продукції»)
для студентів денної форми навчання
напряму підготовки
6.051702 «Технологічна експертиза та безпека харчової продукції»**

Тернопіль 2017

Автори : Вічко О.І., к.т.н., асистент кафедри харчової біотехнології і хімії.

Рецензент :

Відповідальна за випуск : Вічко О.І.

Методичні вказівки розглянуті й затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології і хімії Тернопільського національного технічного університету імені Івана Пулюя. Протокол № ____ від « ____ » _____ 201__ року.

Схвалено й рекомендовано до друку на засіданні методичної ради факультету інженерії машин, споруд та технологій Тернопільського національного технічного університету імені Івана Пулюя. Протокол № ____ від « ____ » _____ 201__ року.

Зміст

Вступ	4
Лабораторна робота 1 Гігієнічна експертиза хліба та хлібобулочних виробів.	5
Лабораторна робота 2 Гігієнічна експертиза кондитерських виробів	9
Лабораторна робота 3 Гігієнічна експертиза м'яса і м'ясних продуктів	13
Лабораторна робота 4 Гігієнічна експертиза молока и молочнокислих продуктів	18
Лабораторна робота 5 Гігієнічна експертиза харчових жирів та олій	20
Лабораторна робота №6 Гігієнічна експертиза риби і рибних продуктів	25
Лабораторна робота 7 Гігієнічна експертиза банкових консервів	28
Лабораторна робота 8 Гігієнічна експертиза безалкогольних і алкогольних напоїв	33

Вступ

Основним завданням харчової експертизи є визначення всіх властивостей, які характеризують якість харчової продукції з позицій її цінності та безпеки для здоров'я людини.

Харчова експертиза — один із найскладніших розділів у діяльності фахівців з харчової гігієни. Це пояснюють тим, що, з одного боку, експерт повинен забезпечити інтереси щодо охорони здоров'я населення, а з другого — сприяти дбайливому ставленню до продовольчої сировини та харчових продуктів для їхнього раціонального використання та максимального зменшення втрат. Успіх і ефективність цієї діяльності багато в чому визначаються компетентністю експерта, принциповістю і послідовністю в його діях. Експерти повинні вільно орієнтуватися в законодавстві України та в міжнародному законодавстві, володіти нормативно-технічною документацією і вміти користуватися нею в своїй повсякденній роботі.

Вимоги до якості й безпеки харчової продукції постійно підвищуються, удосконалюється НТД, яка регламентує вимоги до продовольчої сировини й готової продукції. Крім того, постійно вдосконалюються методичні підходи до оцінювання традиційних і нових видів харчової продукції.

Призначення даних методичних вказівок — У розділі II "Спеціальна експертиза" викладено основи оцінювання якості й безпеки окремих груп харчових продуктів: борошна, хліба і хлібопродуктів, м'яса і м'ясопродуктів, риби і рибних продуктів, яєць і яйцепродуктів, кондитерських виробів, алкогольних і безалкогольних напоїв та соків, консервів, жирових продуктів і замінників жирів.

Лабораторна робота 1

Гігієнічна експертиза хліба та хлібобулочних виробів.

Мета заняття. Навчити студентів методики гігієнічного оцінювання хліба та хлібобулочних виробів та складання мотивованого висновку про можливість і порядок реалізації їх у харчуванні людей.

Методичне обґрунтування заняття. З підручника і рекомендованої літератури студенти самостійно дізнаються про методологію гігієнічної експертизи хліба і хлібопродуктів. На занятті студенти самостійно аналізують проби хліба та хлібобулочних виробів за органолептичними та фізико-хімічними показниками.

Основні питання теми:

1. Дифекти хліба та причини їх виникнення.
2. Хвороби хліба, їхні причини, заходи боротьби.
3. Методика лабораторного дослідження якості і безпеки хліба
4. Особливості гігієнічної експертизи хліба та хлібобулочних виробів.

Самостійна робота студентів.

Самостійне ознайомлення студентів з особливостями експертизи хліба та хлібобулочних виробів у підручнику та рекомендованій літературі. На лабораторному занятті студенти самостійно аналізують проби хліба та хлібобулочних виробів за органолептичними (зовнішній вигляд, консистенція, колір, стан скоринки і м'якуша, запах, смак) та фізико-хімічними (вміст вологи, пористість, кислотність, вміст пестицидів, важких металів, мікотоксинів) показниками, визначають вміст сторонніх домішок.

По закінченні лабораторного дослідження студенти складають протокол з висновком про можливість та порядок реалізації хліба та хлібобулочних виробів для харчування людей.

ОРГАНОЛЕПТИЧНА ОЦІНКА

Зовнішній вигляд виробу (форму, поверхню, колір) визначають, оглядаючи його при денному розсіяному світлі або при достатньому штучному. Результати огляду порівнюють з описом в стандартах.

Для визначення стану м'якушки виріб розрізають по ширині і визначають поперечно, торкаючись кінчиками пальців до поверхні м'якушки в центрі виробу. У пропечених виробів м'якуш сухий, у недостатньо пропечених виробів - вологий, сирий. Промес і пористість встановлюють порівнювання з описом в стандартах.

При визначенні смаку пробу 1 - 2 г, Розжовують протягом 3 - 5 с і смакові відчуття порівнюють з описом у стандарті.

Запах визначають шляхом 2 - 3 разового глибокого вдихання повітря через ніс як можна з більшою поверхні на початку цілого виробу, а потім після його розрізання. Запах хліба порівнюють з описом у стандарті.

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ ПОКАЗНИКИ ЯКОСТІ ХЛІБА

Визначення вологості хліба ГОСТ 21094 – 75. Суть методу полягає в висушування наважки виробу при певній температурі і обчислення вологості.

Відокремлюють м'якуш від корок і ретельно подрібнюють ножем, перемішують і одразу ж зважують у заздалегідь посушеній і тарованих металевих бюксах з кришками дві наважки по 5 г кожна, з похибкою не більше 0,01 г.

Навіски у відкритих бюксах з кришками поміщають у попередньо підігрітий СЕШ - 3М. Температура в шафі при цьому швидко падає. На протязі 10 хв її доводять до 130 ° С і при цій температурі продовжують висушувати протягом 45 хв. Висушування проводиться при повному завантаженні шафи.

Після висушування бюкси закриваються кришками і переносяться в ексікатор для охолодження (20 хв). Охолоджені бюкси знову зважують і за різницею між месою до і після висушування визначають кількість випарувався Н₂О з 5 г хліба.

Вологість обчислюють за формулою:

$$W = 100 \cdot (m_1 - m_2) / m, (2.1)$$

де m_1 - маса бюкси з наважкою до висушування, г

m_2 - маса бюкси з наважкою після висушування, г

m - маса наважки, г

Вологість обчислюється з точністю до 0,5% причому частки до 0,25 включно відкидають, частки понад 0,25 і до 0,75 включно прирівнюють до 0,5; понад 0,75 прирівнюють до одиниці.

Визначення вологості пшеничного хліба вищого сорту

$m_1 = 18,25$ г

$m_2 = 16,11$ г

$m = 5$ г

$W = 100 \cdot (18,25 - 16,11) / 5 = 43\%$

(ГОСТ 21094-75)

Визначення кислотності хліба (ГОСТ 5670-51) Кислотність у деякій мірі характеризує смакові достоїнства хліба. Недостатньо і надто кислий хліб має неприємний смак. Кислотність хліба обумовлена продуктами бродіння тіста і виражається в градусах Неймана (ОН). Під градусом кислотності розуміють об'єм розчину $C(NaOH)=1$ моль/л, необхідний для нейтралізації кислот, які містяться в 100 г м'якушки. Кислотність (ОН) у хліба із пшеничного сортового борошна – 2-7; у житнього – 7-12, житньо-пшеничного 7-11, у здобних виробів – 2,5-4.

Подрібнений м'якуш (25 г) кладуть у суху пляшку місткістю 500 см³ з добре притертим корком. Мірну колбу місткістю 250 см³ наповнюють до позначки водою кімнатної температури. Близько 1/4 узятій води відливають у пляшку з досліджуваним хлібом. За допомогою дерев'яної лопатки або скляної палички з гумовим наконечником хліб у пляшці розтирають до одержання гомогенної маси. До одержаної суміші приливають усю воду з мірної колби. Пляшку закривають корком, суміш енергійно струшують протягом 2 хв і залишають на 10 хв. Потім суміш знову струшують протягом 8 хв.

Після цього рідкий шар, що відстоявся, фільтрують через марлю в суху склянку. Зі склянки відбирають у 2 конічні колби за допомогою піпетки по 50см³ фільтрату, додають по 2—3 краплі фенолфталеїну і титрують розчином їдкого натрію або калію у концентрації 0,1моль/дм³ до одержання слабко-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв.

Кислотність (Х, Т) визначають за формулою:

$$X = \frac{25 \cdot 50 \cdot 4 \cdot 1 \cdot a}{250 \cdot 10} = 2 \cdot a$$

де a — кількість розчину натрію гідроксиду, см³ (концентрація — 0,1моль/дм³); 25, 50, 4, 1, 250, 10, 2 — коефіцієнти перерахунку.

Визначення пористості хліба і хлібобулочних виробів.

Із середини виробу вирізають шматок завширшки не менш як 7—8 см. З м'якуша шматка в найбільш пористому місці на відстані 1 см від скоринки роблять виїмки циліндричним ножом приладу Журавльова. Попередньо гострий край циліндра змащують олією. Циліндр уводять у м'якуш шматка свердлярним рухом.

Циліндр, заповнений м'якушем, викладають на лоток приладу Журавльова таким чином, щоб обід його щільно входив у прорізь на лотку. Потім м'якуш виштовхують з циліндра за допомогою дерев'яного поршня на 1 см і зрізують його біля краю гострим ножом. Відрізаний шматок м'якуша викидають. М'якуш, який залишився в циліндрі, виштовхують поршнем до упирання в стінку лотка і відрізають біля краю.

Для визначення пористості пшеничного хліба роблять 3 циліндричні виїмки, для житнього хліба — 4 виїмки об'ємом близько 27 см³ кожна, які одержують із внутрішнім діаметром 3 см і заввишки 3,8 см.

Об'єм вирізаного циліндра хлібного м'якуша (А) вираховують за формулою:

$$A = \frac{3,14 \cdot b^2 \cdot H}{4}$$

де b — внутрішній діаметр циліндра, см; H — довжина циліндра хлібного м'якуша.

$$X = \frac{A - (m \div p)}{A} \cdot 100$$

де X — пористість м'якуша, %; A — загальний об'єм виїмок хліба, см³; m — маса виїмок, г; p — щільність без пористої маси м'якуша

Приготовлені виїмки м'якуша зважують одночасно з точністю до 0,01. Пористість вираховують за вище наведеною формулою.

Щільність безпористої маси для хліба житнього, житньо-пшеничного і пшеничного з обійного борошна становить — 1,31; житніх заварних сортів і пекльованого — 1,27; пшеничного I гатунку — 1,31; пшеничного II гатунку — 1,26.

Визначення вмісту ДДТ у зерні.

Зерна (10 г) кладуть у пляшку з притертим корком, заливають 10 мл бензолу і збовтують за допомогою шутель-апарату протягом 10 хв.

Екстракт переносять у пробірку, нагрівають упродовж 5 хв на водяній бані за температури 66 °С, додають 0,5 г безводного алюмінію хлориду і нагрівають на водяній бані за температури 66 °С протягом 1 год. Після нагрівання у пробірку доливають 3 см³ дистильованої води. Якщо в досліджуваній пробі міститься менш як 2 мкг ДДТ, бензольний розчин забарвлюється у блідо-жовтий колір. Залежно від концентрації ДДТ у досліджуваних пробах колір бензольного розчину змінюється від світло-жовтого до інтенсивного оранжевого. За наявності 5 мкг ДДТ у пробі жовте забарвлення розчину з'являється вже у разі додання алюмінію хлориду. Бензольний розчин після нагрівання забарвлюється в оранжевий колір.

Антихолінестеразний метод визначення вмісту фосфорорганічних пестицидів (за О.О. Покровським).

Метод ґрунтується на здатності фосфорорганічних сполук (ФОС) пригнічувати активність холінестерази. Показником наявності ФОС є затримання зміни забарвлення від синього до зеленого кольору.

Досліджуваний матеріал (20—30 г) ретельно подрібнюють і кількісно переносять у склянку з притертим корком, заливають адекватною кількістю хлороформу і екстрагують протягом 1 год, періодично перемішуючи. Потім 2 см³ хлороформного екстракту переносять у чисту склянку. Водночас у контрольну склянку вносять 1 см³ хлороформу. Обидві склянки ставлять на водяну баню за температури 60 °С або під струмінь повітря до повного випаровування.

Активування. До сухого залишку додають 0,5 см³ ацетону або спирту та 0,1 см³ насиченого водного розчину бром (можна додавати 0,5 см³ розчину бром (концентрація — 0,1 моль/дм³) в ацетоні або спирті). Залишають на 30 хв за кімнатної температури. Надлишок бром нейтралізують розчином натрію тіосульфату у концентрації 0,1 моль/дм³.

Інгібування. До сухого залишку додають 1 мл фосфатного буферу (рН 7,4) і склянки ставлять на водяну баню на 3 хв. Після чого їх охолоджують до кімнатної температури і додають по 0,1 см³ розчину холінестерази. Добре перемішують і знову ставлять на водяну баню за температури 38—39 °С на 30 хв.

Вміст склянок переносять у пробірки і додають 1 см³ фосфатного буфера. Про кількість пестицидів свідчить ступінь пригнічення активності холінестерази, виражений у відсотках. Затримання в позеленінні досліджуваної проби до 5 хв свідчить про наявність незначної кількості ФОС (0,0001 мг/кг). Якщо затримання зміни забарвлення становить 15 хв — в досліджуваній пробі міститься значна кількість ФОС (0,001 мг/кг). Продукти тваринного походження, які містять 0,001 мг/кг ФОС, дозволяють до вживання тільки після ретельного кулінарного оброблення. Якщо синє забарвлення досліджуваної проби залишається без істотних змін протягом 30 хв і більше, то в пробі міститься велика кількість ФОС (0,01 мг/кг). Такі продукти до вживання не дозволяють.

Приготування реактивів. Основний індикаторно-буферний розчин (розчин № 1): 100 мг бромтимолового синього розтирають у ступці з 2 см³ розчину їдкого натрію (концентрація — 0,1 моль/дм³) і кількісно переносять до мірної колби місткістю 50 см³. Ступку ополіскують кілька разів перевареною дистильованою водою і зливають у мірну колбу. Туди доливають 8 см³ 0,1 н. розчину їдкого натру та 25 см³ розчину борної кислоти, у 25 см³ дистильованої води розчиняють 187,5 мг калію хлориду з концентрацією 0,1 моль/дм³ та 155 мг борної кислоти). Одержаний розчин має інтенсивно синій колір (рН 8,65—8,7). Він стійкий до зберігання у склянці з нейтрального скла з притертим корком.

Індикаторно-буферний розчин (розчин № 2) призначений для приготування колориметричного стандарту. Для його приготування - беруть 9,85 см³ основного розчину № 1 і змішують з 0,15 см³ 0,1 н. розчину хлоридної кислоти. Розчин забарвлений у зелений колір.

Література

Основна:

1. Смоляр В.І. Харчова експертиза. — К.: Здоров'я, 2005. — 456с.
2. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества пищевых продуктов. — М.: 1989.
3. Санитарно-гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды / Под ред. проф. Г.С. Яцулы. — К.: Здоров'я, 2000. — 332 с.

Додаткова:

4. Смоляр В.І. Фізіологія та гігієна харчування. — К.: Здоров'я, 2000. — 332 с.
5. Основні ДСТУ, ГОСТи і ТУ на хліб та хлібобулочні вироби.

Гігієнічна експертиза кондитерських виробів

Мета заняття. Навчити студентів основних методів дослідження якості і безпеки кондитерських виробів. Ґрунтуючись на держаних даних студенти повинні зробити висновок про можливість і порядок реалізації цих виробів.

Методичне обґрунтування заняття. Завдяки даним, викладеним у підручнику та рекомендованій літературі, студенти знайомляться з хімічним складом, технологією окремих видів кондитерських виробів та з методологією їх експертизи, відповідністю ДСТУ і ТУ.

Одержавши проби кондитерських виробів, студенти оцінюють їх за органолептичними (зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак), фізико-хімічними (кислотність, вміст сухих речовин, редукуючи речовин, цукру, натуральних і синтетичних барвників тощо) та мікробіологічними показниками. Потім студенти складають протокол лабораторних досліджень кондитерських виробів.

Основні питання теми:

1. Основні вимоги до якості і безпеки кондитерських виробів.
2. Особливості технології виробництва кондитерських виробів.
3. Роль кондитерських виробів у виникненні харчових отруєнь.
4. Основні методи дослідження якості і безпеки кондитерських виробів.

Самостійна робота студентів. Гігієнічну експертизу кондитерських виробів (тортів, тістечок) починають з визначення органолептичних показників (зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак), потім – фізико-хімічних показників (визначення кислотності, вмісту сухих речовин, редукуючи речовин, цукру, барвників, важких металів тощо). Паралельно проводять мікробіологічні дослідження (визначення мікробного числа, наявності колі-форм, патогенних мікроорганізмів, зокрема сальмонел, стафілококу золотистого).

По закінченні лабораторних досліджень оформлюють протокол з аргументованим висновком про якість і безпеку досліджених кондитерських виробів.

Визначення фізико-хімічних показників кондитерських виробів.

Визначення кислотності і лужності (ГОСТ 5898-87). Для визначення кислотності в конічну колбу кладуть 5г подрібненого продукту, доливають 50 см³ дистильованої води, нагрітої до температури 60-70 °С, перемішують і охолоджують до кімнатної температури. Об'єм доводять до 100 см³, додають 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують розчином КОН або NaOH у концентрації 0,1 моль/дм³ до появи блідо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв.

Для малорозчинного у воді виробу після охолодження розчин фільтрують і відбирають для титрування 50 см³ фільтрату. Виконують два паралельні досліди і виводять середнє значення. Розрахунок здійснюють за формулою:

$$X = \frac{K * U * 100}{m * 10} \quad \text{або} \quad \frac{K * U * U_1 * 100}{U_2 * m * 10},$$

де X – кислотність кондитерського виробу, Т; К – поправочний коефіцієнт основи, необхідної для титрування; U – кількість основи, необхідної для титрування, см³; U₁ – об'єм води, необхідної для розчинення наважки, см³; U₂ – об'єм фільтрату, необхідний для титрування, см³; m – маса наважки продукту, г; 100 – коефіцієнт перерахунку на 100 г продукту; 10 – коефіцієнт перерахунку концентрацій розчину (0,1 моль/дм³ на 1 моль/дм³).

Для визначення лужності в колбу кладуть 25 г продукту, додають 250 см³ води, закривають корком і залишають на 30 хв, періодично збовтуючи. Потім вміст колби фільтрують через вату (фільтр). Беруть 50 см³ фільтрату, додають до нього 2-3 краплі бротимолового синього і титрують розчином хлоридної кислоти (концентрація 0,1 моль/дм³) до появи жовтого забарвлення. Розрахунок здійснюють за формулою, аналогічно для визначення кислотності.

Перерахунок лужності на суху речовину здійснюють за формулою:

$$X_1 = \frac{X * 100}{100 - M},$$

Де X_1 – лужність у перерахунку на суху масу, °Т; X – лужність, °Т; M – масова частка вологи досліджуваного продукту, г.

Потенціометричний метод визначення кислотності. У колбу кладуть 10 г досліджуваного продукту або напівфабрикату, додають 100 см³ дистильованої води, підігрітої до температури 60-70 °С для кращого розчинення, і охолоджують до кімнатної температури. Розчин переносять у мірну колбу і доводять до позначки 200 см³. Піпеткою відбирають 50 см³ розчину у склянку, в яку встановлюють електроди рН-метра. Визначають величину рН. Якщо рН середовища менша ніж 7, тобто середовище кисле, то титрують розчином кислоти з концентрацією 0,1 моль/дм³. Титрування закінчують у разі досягнення рН 7-7,2; реєструють кількість рідини, необхідної для титрування. Розрахунок здійснюють за формулою:

$$X = \frac{K * Y * Y_1 * 100}{Y_1 * m * 10},$$

де X – кислотність продукту; K – поправочний коефіцієнт для кислоти, основи з концентрацією 0,1 моль/дм³; Y – об'єм розчину, необхідний для титрування, см³; Y_1 – місткість мірної колби, в якій розчинена наважка, см³; Y_2 – об'єм фільтрату, необхідної для титрування; m – маса наважки, г; 10, 100 – коефіцієнт перерахунку.

Визначення вмісту цукру і редукуючи речовин (ГОСТ 5903-77).

Редукуючими речовинами, або цукром до інверсії, називають суму всіх цукрі (глюкоза, фруктоза, мальтоза, лактоза), які відновлюють лужний розчин міді. Кількість редукуючих речовин виражають в інвертованому цукрі.

Загальний цукор, або цукор після інверсії, - це сума всіх цукрі, які утворилися внаслідок інверсії досліджуваного розчину, що містить редукуючи речовини і сахарозу, які відновлюють лужний розчин міді.

Фериціанідний метод. Ґрунтується на відновленні надлишкового фериціаніду (червоної кров'яної солі) стандартним розчином інвертованого цукру або глюкози за наявності розчину метиленового синього до повного знебарвлення.

Наважку подрібненого кондитерського виробу розчиняють у невеликому об'ємі теплої дистильованої води (температура 60-70 °С). Після повного розчинення наважки одержаний розчин охолоджують і переносять у мірну колбу місткістю 200-250 см³, доводять об'єм до позначки і добре перемішують. У разі поганої розчинності наважки (борошняні вироби) одержаний розчин переносять у мірну колбу місткістю 200-250 см³ разом з частками виробу, які не розчинилися. Колбу ставлять на водяну баню за температури 60 °С і, періодично збовтуючи, витримують протягом 15 хв. Після охолодження розчину осаджують знецукри, для чого в колбу додають 10 см³ розчину цинку сульфату у концентрації 1 моль/дм³, який встановлений шляхом окремого титрування відповідного об'єму цинку з фенолфталеїном. Вміст колби добре перемішують і доводять дистильованою водою до позначки, знову перемішують. Готовий розчин фільтрують в окрему посудину, при цьому фільтрат має бути прозорим.

Попередньо встановлюють співвідношення між розчином фериціаніду і робочим розчином інвертованого цукру. У конічну колбу вносять 20 см³ фериціаніду, 10 см³ розчину натрію гідроксиду у концентрації 1,25 моль/дм³ і 10 см³ робочого розчину інвертованого цукру.

Колбу ставлять на азбестову сітку, вміст колби протягом 3-3,5 хв доводять до кипіння і кип'ять рівно 1 хв, потім вносять 3 краплі метиленового синього і, не перериваючи кипіння, з бюретки краплями приливають робочий розчин інвертованого цукру до моменту зникнення синього забарвлення.

Масу інвертованого цукру (А, г), яка відновлює 20 см³ розчину ферицианіду, розраховують за формулою:

$$A=0,0016(10+V),$$

Де 10+V – об'єм робочого розчину інвертованого цукру, необхідний для титрування 20 см³ ферицианіду, см³; 0,0016 – маса інвертованого цукру в 1 мл робочого розчину, г.

Визначення вмісту редукуючи речовин (цукру до інверсії). У конічну колбу вносять послідовно 20 см³ ферицианіду, 10 см³ розчину натрію гідроксиду (концентрація 1,25 моль/дм³) і 10 см³ підготовленого розчину досліджуваного кондитерського виробу. Колбу ставлять на газову горілку або електроплиту, доводять вміст до кипіння протягом 3-3,5 хв, потім кип'ять 1 хв, не перериваючи кипіння, додають 2 краплі метиленового синього і титрують краплями з бюретки робочим розчином інвертованого цукру до моменту зникнення синього забарвлення.

Масову частку редукуючи речовин (Х, г) розраховують за формулою:

$$X = \frac{0,0016(Y - Y_1) * 100 * 100 * K}{10 * m},$$

Де Y- об'єм робочого розчину інвертованого цукру, необхідний для титрування 20 см³ ферицианіду, см³; 10 см³ – об'єм досліджуваного розчину, см³; m – маса наважки, г; К – поправочний коефіцієнт, який враховує кількість редукуючи речовин у кондитерському виробі.

Коефіцієнт К для масової частки редукуючи речовин відносно загального цукру при 5-10% дорівнює 0,91, при 10-15% - 0,93, при 15-20% - 0,94, при 20-30% - 0,95, при 30-40% - 0,97, при 60% - 0,98.

Визначення вмісту загального цукру (цукру після інверсії). Приготування наважки кондитерського виробу, одержання фільтрату, осадження нецукрів і приготування реактивів такі самі.

У мірну колбу місткістю 100 см³ вносять 50 см³ одержаного фільтрату, додають 2 краплі метиленового оранжевого І, якщо рідина забарвлюється в жовтий колір, краплями додають розчин хлоридної кислоти у концентрації 0,5 моль/дм³, встановлюють у колбу термометр, ставлять на водяну баню, нагріту до температури 80 °С, нагрівають вміст колби до температури 60-70 °С і витримують розчин за цієї температури 5 хв. Потім колбу швидко охолоджують, виймають термометр і нейтралізують хлоридневу кислоту 25% розчином натрію гідроксиду за наявності метиленового оранжевого до появи жовто-оранжевого забарвлення розчину.

В одержаному розчині визначають вміст інвертованого цукру. Розрахунок проводять за формулою:

$$X = \frac{0,0016(Y - Y_1) * 100 * 100 * 100}{10 * 50 * m},$$

де Х – масова частка цукру, %; Y – об'єм робочого розчину інвертованого цукру, необхідний для титрування 20 см³ ферицианіду; Y₁ – об'єм робочого розчину, необхідний для титрування, см³; 50 – об'єм досліджуваного розчину, необхідного для інверсії, см³; 10 – об'єм досліджуваного розчину після інверсії, см³; m – маса наважки продукту, г.

Ідентифікація барвників. У пробірку з розчином барвника занурюють кусок білої вовняної пряжі завдовжки 2-3 см, яка забарвлюється в колір барвника. Після цього пробірку ставлять на киплячу водяну баню на 10 хв. Потім пряжку виймають із розчину і промивають у проточній воді з милом. Якщо використано синтетичний барвник, то колір пряжі після

промивання не зміниться. За використання натурального барвника колір легко змивається з вовняної нитки.

Виявлення амаранту. До 5 см³ досліджуваного розчину додають 1 см³ 1% розчину міді сульфату. За наявності амаранту розчин набуває жовтого забарвлення, який переходить у рожевий у разі додавання кількох крапель ацетатної кислоти.

Виявлення синтетичного барвника. Метод ґрунтується на здатності розчину аміаку змінювати червоний колір натуральних барвників і не змінювати кольору синтетичних.

У пробірку до 3 см³ досліджуваного розчину додають 4 краплі 10% водного розчину аміаку, збовтують і залишають на 1-2 хв. Якщо для підфарбування використано натуральний барвник, то колір розчину набуває темного забарвлення із зеленуватим відтінком. У разі використання синтетичного барвника колір розчину не змінюється.

Для проведення чіткішої реакції досліджувана суміш може бути залишена на добу. За наявності синтетичних барвників розчин стає прозорішим, колір яскравішим.

У разі виявлення амаранту реакцію треба проводити, порівнюючи колір одержаного розчину з розчином амаранту (концентрація – 5мг/дм³).

Для дослідження зафарбованого крему 2-3 г його ретельно розмішують у фарфоровій чашці, додають 8-10 см³ води, змішують і ставлять на водяну баню для розплавлення жиру. Потім вміст чашки швидко охолоджують у холодильнику, знімають застиглий жир, а в рідині, що залишилася, визначають барвник.

Література

Основна:

1. Смоляр В. І. харчова експертиза. – К.: Здоров'я, 2005. – 456с.
2. Санитарно-гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды / Под ред. Проф. Г.С. Яцулы. – К.: Здоров'я, 1991. – С. 109-121.
3. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества пищевых продуктов. – М., 1989.

Лабораторна робота 3

Гігієнічна експертиза м'яса і м'ясних продуктів

Мета заняття: Навчити студентів методики гігієнічного оцінювання якості та безпеки м'яса і м'ясних продуктів та складання протоколу з аргументованим висновком про можливість і порядок реалізації продуктів для харчування людей.

Методичне обґрунтування заняття:

Після з'ясування теми і навчальної мети заняття студенти ознайомлюються з питаннями гігієнічної експертизи м'яса і ковбас - одних із найважливіших продуктів харчування. При цьому приділяють увагу їхній ролі в поширенні харчових отруєнь, гельмінтозів та зоонозів.

Потім кожний студент самостійно виконує лабораторний аналіз проби м'яса та ковбасних виробів. Хід проведення лабораторних аналізів з усіма розрахунками студенти фіксують у робочих зошитах і використовують для оформлення протоколу дослідження з висновком про якісний стан досліджуваних зразків м'яса та ковбасних виробів, можливість та порядок їхньої реалізації для харчування людей.

Основні питання теми:

1. Хімічний склад, харчова та біологічна цінність м'яса різних тварин і птиці, ковбасних та інших м'ясних виробів.
2. Види псування м'яса і м'ясних продуктів.
3. Умови зберігання м'яса і м'ясних продуктів, вплив їх на псування цих продуктів.
4. Правила взяття проб та методика лабораторного дослідження м'яса та м'ясних продуктів.
5. Запобігання харчовим отруєнням, інфекційним захворюванням тварин, що передаються людині через м'ясо.

Самостійна робота студентів

Підготування до лабораторного заняття вдома за рекомендованою літературою. Дослідження одержаної проби за схемою: свіжість м'яса та ковбасних виробів, органолептичні показники (зовнішній вигляд, запах, консистенція, колір, смак, стан жир, кісткового мозку(для м'яса) та сухожил(для м'яса), вміст нітритів(для ковбасних виробів), крохмалю(для ковбасних виробів), токсичних елементів, мікробіологічне дослідження мазків(для м'яса).

Пробне варіння м'яса. Зараженість м'яса личинками глистів (фінами, трихінелами). Складання протоколу досліджень з висновком про можливість і порядок реалізації м'яса і ковбасних виробів.

Визначення фізико-хімічних показників м'яса

Під дією ферментів, які продукують мікроорганізми в процесі гнильного псування м'яса, відбувається гідроліз білків. Білки розкладаються спочатку до альбумоз і поліпептидів, потім – до амінокислот. Амінокислоти в свою чергу внаслідок різних хімічних процесів – дезамінування, бродіння тощо – утворюють жирні та інші кислоти (зокрема леткі), вільні амінні та карбоксильні групи, аміак, сірководень тощо, більшість з яких надає м'ясу неприємного гнильного запаху.

Реакція м'яса з міді сульфатом (проба Андрієвського)

Наявність у бульйоні продуктів розкладання визначають за утворенням у ньому пластівців або осаду.

Поява в бульйоні пластівців умовлена взаємодією іонів міді з первинними продуктами розкладання білків; утворення забарвленого осаду – взаємодією з продуктами глибшого розкладання.

Техніка визначення. Гарячий бульйон фільтрують через шар вати завтовшки не менше ніж 0,5 см у пробірку, поставлену в склянку з холодною водою. Якщо після фільтрації в бульйоні залишаться пластівці білка, то бульйон додатково фільтрують через фільтрувальний папір.

У пробірку наливають 2 мл профільтрованого бульйону і додають 3 краплі 5 % водного розчину міді сульфату. Пробірку струшують 2-3 рази і ставлять у штатив. Через 5 хв за наявності пластівців або осаду оцінюють результат реакції.

Реакція м'яса на лакмус. У м'ясі поряд із азотистими речовинами (білковими і небілковими) міститься багато не азотистих речовин (глікоген, цукри, кислоти), кількість яких залежить від багатьох причин і головним чином від угодованості тварин. Так, вміст глікогену найбільший у м'ясі тварин понад середню вгодованість.

Після забою тварин під час остигання й охолодження у м'ясі відбувається ферментативний процес, який називають визріванням. При цьому значна частина глікогену перетворюється на молочну кислоту, унаслідок чого слабо лужна реакція м'яса переходить у слабо кислу.

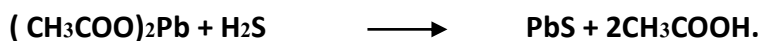
Водночас з молочною кислотою, вміст якої у м'ясі, що визріло, досягає 640 мг на 100г, в утворенні кислої реакції беруть участь мурашина, оцтова і масляна кислоти і фосфорнокислий калій.

Техніка визначення. Дві лакмусові смужки паперу – червону і синю – змочують дистильованою водою, кладуть у свіжий розріз м'яса і притискують.

За наявності аміаку лакмусовий папір синіє. Інтенсивність і швидкість посиніння папірця свідчить про ступінь псування продукту.

Реакція на сірководень. Під час гнильного розкладання білків водночас з іншими продуктами цього процесу утворюються леткі сполуки, які є головними носіями гнильного запаху. До них належать скатол та індол, які утворюються з амінокислот ароматичного ряду, а також меркаптани та сірководень, який утворюється з цистина – амінокислоти, що містить сірку. Наявність цих речовин свідчить про глибоке гнильне розкладання білків м'яса.

Наявність сірководню визначають за допомогою розчину плюмбуму ацетату, краплю якого наносять на смужку фільтрувального паперу. За наявності сірководню на папері утворюється пляма, яка має світло-буре забарвлення. Відбувається така реакція:



Чутливість реакції можна посилити, використовуючи лужний розчин плюмбуму ацетату.

Техніка визначення. У хімічну склянку кладуть невелику кількість подрібненого м'яса і закривають кришкою. Під кришку підкладають смужку фільтрувального паперу з нанесеною на неї краплиною лужного розчину ацетатнокислого свинцю. Не відкриваючи кришки кожні 5 хвилин спостерігають за зміною кольору краплини розчину. Через 15 хвилин дослід припиняють.

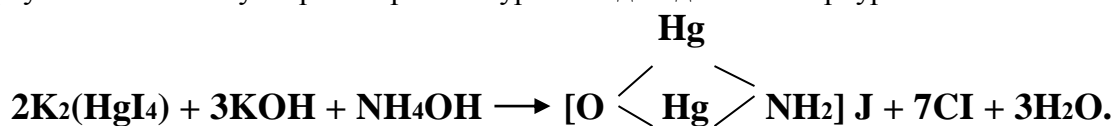
Залежно від кількості сірководню краплина лужного розчину плюмбуму ацетату забарвлюється у світло-бурий або чорний колір.

Визначення рН. Визначення рН м'яса, а також реакцію за Несслером на зв'язаний аміак виконують у спеціально приготуваній із м'яса водної витяжки. Для цього з різних місць досліджуваного зразка м'яса, позбавленого жиру та сполучної тканини, відбирають наважку масою 10г, яку потім розрізають на 30-40 шматочків і кладуть у конічну колбу місткістю 250 мл. У колбу наливають 100 мл попередньо перевареної і охолодженої дистильованої води та настоюють м'ясо протягом 15 хв, періодично перемішуючи його. Одержану витяжку фільтрують через паперовий складчастий фільтр.

М'ясо щойно забитої тварини має рН 6,6-6,8. Молочна кислота та кислі фосфати, які утворюються під час визрівання м'яса, знижують рН до 5,8. З накопиченням у м'ясі аміаку його рН знову підвищується.

Для визначення величини концентрації водневих іонів використовують потенціометричний метод.

Реакція на аміак за Несслером. Під час розкладання білків м'яса виділяється аміак або амоній солі, які утворюють із ртутними солями складні меркур-амідні сполуки, що забарвлюють розчин у жовтий колір. Значна кількість аміаку і амонійних солей під час взаємодії із ртутними солями утворює червоно-бурий осад йодистого меркурамонію:



Техніка визначення. У пробірку наливають 1 мл м'ясної витяжки і додають по краплинах (від 1 до 10) реактив Несслера. Після додання кожної краплини пробірку струшують і спостерігають за зміною кольору і прозорістю витяжки.

При доданні до витяжки із свіжого м'яса 10 крапель реактиву Несслера пожовтіння і помутніння не спостерігаються.

У витяжці із м'яса, підозрілого щодо свіжості, пожовтіння і слабке помутніння спостерігають після додання 6 і більше крапель реактиву Несслера. У наслідок відстоювання протягом 20 хв помутнілої витяжки на дні пробірки з'являється незначний осад.

Метод визначення вмісту нітритів у м'ясних виробках(ГОСТ 8558.1-78).

У разі підготовки проби до визначення нітритів із ковбасних виробів знімають оболонку, з окістя, корейки і грудинки – верхній шар шпику. Пробу подрібнюють на м'ясорубці, кладуть у банку і закривають кришкою.

Приготування розчинів для осадження білків

Реактив Карреза № 1. У мірну колбу на 1000 см³ кладуть 106 г залізо-синьородистого калію, розчиняють у дистильованій воді і доводять об'єм до позначки. Реактив зберігають у склянці із темного скла не більш як 1 місяць.

Реактив Карреза № 2. У мірну колбу на 1000 см³ кладуть 220 г цинку ацетату та 30 см³ ацетатної кислоти льодової, розчиняють у дистильованій воді і доводять об'єм до позначки. Реактив зберігають не більш як 1 місяць.

Насичений розчин бури. 50 г натрію тетраборату розчиняють у 1000 см³ теплої дистильованої води і охолоджують до температури 20 °С.

Приготування розчинів для проведення колірної реакції. Розчин № 1.

2 г сульфаніламиду розчиняють у 800 см³ гарячої дистильованої води. Охолоджують до кімнатної температури, фільтрують, додають, перемішуючи, 100 см³ концентрованої хлоридної кислоти і доводять об'єм до 1000 см³.

Розчин № 2. У мірну колбу місткістю 1000 см³ наливають 400 см³ дистильованої води і 445 см³ концентрованої хлоридної кислоти. Об'єм доводять до 1000 см³ і змішують.

Розчин № 3. У мірну колбу місткістю 250 см³ вносять 0,25 г N – (1-нафтил) – етилендіамін дигідрохлориду, розчиняють у дистильованій воді і об'єм рідини доводять до позначки. Розчин зберігають у склянці з темного скла в холодильнику не більш як 1 місяць.

Приготування стандартних розчинів натрію нітриту. Для приготування основного розчину необхідно взяти стільки реактиву, щоб у ньому містилося точно 1 г нітриту. Для хімічно чистого 99% реактиву така наважка становить 1,0101 г. Цю кількість реактиву переносять кількісно в мірну колбу місткістю 500 см³, розчиняють у дистильованій воді, об'єм доводять до позначки і змішують.

Для одержання робочого розчину 25 см³ основного розчину переносять до мірної колби місткістю 1000 см³, доводять до позначки дистильованою водою і змішують. З цього робочого розчину готують серію стандартних розчинів. Для цього у 3 мірні колби місткістю 100 см³ послідовно вносять 2; 5 і 10 см³ робочого розчину. Об'єм доводять до позначки і перемішують. Одержані стандартні розчини містять в 1 см³ відповідно 1; 2,5 та 5 мкг натрію нітриту. Рекомендують готувати 3 серії стандартних розчинів, починаючи кожного разу з приготування основного.

Побудова градуйованого графіка. У 4 мірні колби місткістю 100 см³ піпеткою вносять у першу колбу 10 см³ дистильованої води (контрольний розчин), а в інші по 10 см³ стандартних розчинів, які містять 1; 2,5 та 5 мкг натрію нітриту 1 см³ розчину. У кожену колбу додають по 50 см³ дистильованої води, по 10 см³ розчину № 1 та по 6 см³ розчину № 2 для проведення колірної реакції. Розчин в колбах перемішують і витримують в темному місці 5 хвилин. Додають по 2 см³ розчину № 3 для проведення колірної реакції, змішують і витримують у темному місці за температури 20 °С 3 хв. У цьому разі з'являється червоне забарвлення в колбах із стандартним розчином натрію нітриту. Розчин в колбах доводять до позначки дистильованою водою і змішують. Вимірюють інтенсивність червоного забарвлення на спектрофотометрі за довжини хвилі 538 нм або на фотоелектроколориметрі із зеленим світлофільтром у кюветі з шаром, який поглинає світло, завтовшки 1 см відносно контрольного розчину. Спираючись на одержані данні будують на міліметровому папері градуйований графік. На вісі абсцис відкладають величину концентрації натрію нітриту (у мкг на 1 см³ забарвленого розчину). На вісі ординат відкладають величину відповідної оптичної густини.

Проведення аналізу. У мірну колбу місткістю 200 см³ кладуть 10 г подрібненої проби, наливають 5 см³ насиченого розчину бури та 100 см³ дистильованої води за температури 75 °С. Колбу нагрівають на киплячій водяній бані протягом 15 хв, періодично струшуючи. Потім охолоджують до температури 20 °С і, ретельно перемішуючи, додають по 2 см³ реактивів Карреза № 1 та № 2. Доводять до позначки дистильованою водою і витримують 30 хв. Потім вміст колби фільтрують через паперовий фільтр. Одержують безбілковий фільтрат. 20 см³ фільтрату вносять у мірну колбу місткістю 100 м³, вливають 50 см³ дистильованої води, 10 см³ розчину № 1 та 6 см³ розчину № 2 для проведення колірної реакції.

Розчин перемішують і витримують у темному місці 5 хв. Потім добавляють 2 см³ розчину № 3, змішують, витримують у темряві за температури 20 °С протягом 3 хв. Розчин у колбі доводять до позначки дистильованою водою, змішують і колориметрують, як зазначено для стандартних розчинів.

Вміст натрію нітриту на 100 г продукту вираховують за формулою :

$$X = \frac{C \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{M \cdot a \cdot 1000} = \frac{C \cdot 2000}{M \cdot a},$$

де X – кількість натрію нітриту, мг ; C – вміст нітрату в 1 см³ забарвленого розчину, знайдене на градуйованому графіку, мкг ; M – наважка продукту, г ; 1000 – перерахунок на міліграми ; a – кількість фільтрату, необхідна для колориметрування, см³.

Визначення вмісту летких жирних кислот. Леткі жирні кислоти визначають шляхом відгонки їх з м'яса разом з водяною парою.

У кругло донну колбу кладуть 25 г м'ясного фаршу, наливають 150 см³ 2 % розчину хлоридної, або сульфатної, кислоти, змішують і здійснюють відгонку летких жирних кислот у відгінному апараті, який складається з кругло донної колби, холодильника, пароутворювача і колби-приймача для збирання дистиляту. Воду в пароутворювачі доводять до кипіння, а кругло донну колбу нагрівають на електричній плитці. Відгонку летких жирних кислот продовжують до тих пір, поки в колбі-приймачі зберуть 200 см³ дистиляту (до позначки). Потім до дистиляту додають 3-5 крапель фенолфталеїну і титрують їдким натрієм або калієм з концентрацією 0,1 моль/дм³ до появи стійкого малинового забарвлення. Паралельно проводять контрольний дослід : відганяють 150 см³ 2 % розчину сульфатної кислоти (без м'яса), збирають 200 мл дистиляту і відтитровують розчином їдкого натрію (концентрація 0,1 моль/дм³) з фенолфталеїном. Розраховують за формулою :

$$X = \frac{(a - b) \cdot K}{2},$$

де X – вміст летких жирних кислот; a – кількість розчину їдкого натрію необхідна для титрування 200 см³ дистиляту з 25 г м'яса, см³; b – те саме в контрольному досліді; 2 – перерахунок на 0,2 моль/дм³ їдкого натрію; K – поправка на титр 0,1 моль/дм³ розчину їдкого натрію.

На титрування відгонки з 25 г свіжого м'яса витрачають до 0,35 см³ їдкого натрію (концентрація 0,2 моль/дм³); м'яса підозрілої свіжості – від 0,35 до 1 см³; несвіжого – понад 1 см³.

Література

Основна :

1. Смоляр В.І. Харчова експертиза. – К.: Здоров'я, 2004. – 463 с.
2. Смоляр В.І. Фізіологія та гігієна харчування. – К.: Здоров'я, 2000. – 332 с.
3. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. – М., 1989.

Додаткова :

4. Основні ДСТУ (ГОСТ и) та ТУ.

5. Санитарно – гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды / Под ред. Г.С. Яцуля. – К.: Здоров'я, 1991. – С. 15-30.
6. Колоболотский Г.В. Справочник по ветеринарно-санитарной экспертизе продуктов на мясо-молочных и пищевых контрольных станциях. – М.: Колос, 1974. – 240 с.

Лабораторна робота 4

Гігієнічна експертиза молока и молочнокислих продуктів

Мета заняття. Навчити студентів основних методів досліджень молока и молочнокислих продуктів, правильного оцінювання їхньої якості і безпеки за результатами цих досліджень.

Методичне обґрунтування заняття. Студенти вивчають харчову цінність молока і молочнокислих продуктів, ознайомлюються з державними стандартами на молоко і молочнокислі продукти для вивчення основних органолептичних та фізико-хімічних показників, що характеризують їхню якість і безпеку.

Основні питання теми:

1. Хімічний склад, харчова і біологічна цінність молока і молочнокислих продуктів.
2. Псування молока і молочнокислих продуктів, його причини та способи запобігання.
3. Методи лабораторного дослідження молока і молочнокислих продуктів.

Самостійна робота студентів

Опрацювання рекомендованої літератури вдома. Дослідження одержаних проб молока і молочнокислих продуктів за фізико-хімічними і органолептичними показниками. Оформлення протоколу досліджень з висновком про доброякісність, характер виявлених змін та можливість використання в харчуванні людей.

ВИЗНАЧЕННЯ ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ПОКАЗНИКІВ МОЛОКА

Для фізико-хімічних досліджень кожному студенту на лабораторному занятті можна запропонувати 10 зразків молока: 1 -й — свіже непастеризоване молоко; 2-й — кисле молоко; 3-й — молоко з гідрогенкарбонатом; 4-й — молоко з крохмалем; 5-й — молоко з внесеною добавкою мікроорганізмів; 6-й — переварене молоко з гідрогенкарбонатом; 7-й — переварене молоко; 8-й — кисле молоко з гідрогенкарбонатом; 9-й — переварене молоко з крохмалем; 10-й — молоко з гідрогенкарбонатом і крохмалем. Використовуючи розчини основ, йоду, реакцію з розоловою кислотою і реакцію на пастеризацію, студенти з'ясовують причину псування молока.

Якісна реакція з розчином Люголя та розоловою кислотою для визначення наявності крохмалю і гідрогенкарбонату.

До 2—3 мл молока додають 0,2 % спиртовий (96 %) розчин розолової кислоти. Якщо з'являється рожеве забарвлення, то це свідчить про наявність гідрогенкарбонату методом Гілдера. Наявність крохмалю у молоці виявляють за допомогою розчину Люголя (2—3 краплі). Для визначення кислотності виконують пробне кип'ятіння. Якщо молоко має кислотність понад 26 °Т, то воно зсідается.

Алкогільна проба на кислотність.

До кількох мілілітрів молока додають таку саму кількість 68 % спирту, перемішують. Якщо кислотність менша за 21—22 °Т, то випадає осад білка.

Визначення сирого і перевареного молока.

Проба на пероксидазу (Руа та Келлера). До 3—5 мл молока додають 5 крапель йодистокалієвого крохмалю, кілька крапель 1—2—3 % H_2O_2 (свіжий розчин). У сирому молоці H_2O_2 окислює КІ, унаслідок чого виділяється I_2 + крохмаль, що спричинює синє забарвлення. У перевареного молока синє забарвлення відсутнє.

Проба на редуктазу. У широку пробірку вливають 10 мл молока, 1 мл 1% розчину метиленового синього + вазелінове масло. Закривають корком, змішують і ставлять на водяну баню за температури 35—45 °С. Спостерігають через 20 хв. Якщо виникло знебарвлення метиленового синього, то це молоко дуже забруднене (20 млн мікробів в 1 мл). Потім спостерігають через 2 год. Якщо не виникло знебарвлення, то молоко задовільне. Потім спостерігають через 5 год. Якщо не знебарвилася, то це молоко I класу (до 5 тис. мікробів в 1 мл). Якщо знебарвилася через 5 год, то це молоко задовільне — II класу (до 4 млн мікробів у 10 мл).

Визначення вмісту жиру.

Вміст жиру в продуктах харчування можна визначити за допомогою методу Гербера, а також екстракційно-вагового і рефрактометричного.

Сутність методу Гербера полягає в розчиненні органічних речовин (крім жиру) у

концентрованої сульфатної кислоти та виділенні жиру за допомогою ізоамілового спирту і центрифугування.

Ізоаміловий спирт сприяє з'єднанню жирових кульок і розчиненню їх без видимого збільшення об'єму жиру.

Для визначення вмісту жиру використовують спеціальні скляні прилади— жироміри Гербера, в яких є градуйована частина, що концентрує жир і дає змогу відраховувати величину жирового стовпчика.

Для визначення жиру в продуктах із вмістом його до 10 % використовують молочні жироміри, з вмістом понад 10 % — продуктові.

Техніка визначення. У фарфоровій чашці зважують 5 г розтертої і добре перемішаної маси продукту, додають 10 мл сульфатної кислоти з густиною 1,6—1,65 і нагрівають на водяній бані або слабкому вогні, помішуючи до повного розчинення наважки в кислоті.

Після цього за допомогою маленької лійки з короткою трубкою рідину переливають у молочний жиромір. Чашку і лійку кілька разів змивають сульфатною кислотою і зливають в жиромір.

Після цього додають 1 мл ізоамілового спирту, доливають сульфатну кислоту (майже до позначки), витирають внутрішню поверхню шийки жироміра, закривають його сухим гумовим корком і обережно струшують.

Підготовлений таким чином жиромір ставлять на 5 хв на водяну баню за температури 65—70 °С для повного розчинення наважки (жиромір ставлять корком униз). Через 5 хв жиромір виймають, витирають рушником і вставляють широкою частиною в гільзу центрифуги. У центрифугу ставлять парну кількість жиромірів, розташовуючи їх симетрично, тобто один проти другого. Центрифугують 5 хв зі швидкістю 800—1000 об/хв. Після центрифугування жироміри виймають з центрифуги і акуратно, не змішуючи вмісту, ставлять на 4—5 хв (корком униз) на водяну баню, нагріту до температури 65—70 °С; рівень води в бані повинен бути дещо вищим від шару жиру в жиромірі. Після цього по шкалі жироміра відраховують кількість поділок, зайнятих жиром. Кожна маленька поділка молочного жироміра відповідає 0,01133 г жиру, а продуктового — 1 %.

Вміст жиру розраховують за формулою:

$$X = (a \cdot 0,01133 \cdot 100) / b,$$

де X — кількість жиру, %; a — кількість маленьких поділок молочного жироміру, зайнятих жиром; b — наважка продукту, г.

Література

Основна:

1. Смоляр В.І. Харчова експертиза. ~ К.: Здоров'я, 2004. — 456с.
2. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. — М., 1989.

Додаткова:

3. Гигиена питания / Под ред. К.С. Петровского. — М: Медицина, 1971.
4. Санитарно-гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды / Под ред. Г.С. Яцулы. — К.: Здоров'я, 1991. — С. 31—52.
5. Основні ДСТУ та ТУ.

Лабораторна робота 5

Гігієнічна експертиза харчових жирів та олій

Мета заняття. Навчити студентів визначати доброякісність і процеси псування олій та жирів.

Методичне обґрунтування заняття.

Студенти в поза навчальний час, користуючись підручником і рекомендованою літературою, знайомляться з основними показниками якості і безпеки олій та жирів. Під час роботи з державними студентами на різні види харчових олій та жирів студенти звертають увагу на основні показники доброякісності, особливо на фізичні і хімічні константи цих продуктів.

Основні питання теми:

1. Показники якості олій та жирів.
2. Види псування олій та жирів, їхній вплив на стан здоров'я людей.
3. Процеси окислення олій та жирів.
4. Методи визначення якості олій та жирів.

Самостійна робота студентів.

Підготовлення до лабораторного заняття вдома за допомогою підручника та рекомендованої літератури. Одержання проб олій та жирів і визначення їхніх органолептичних показників (зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак), фізико-хімічних показників (кислотне та перекисне числа, вміст вологи, жиру, дієнових кон'югатів, транс-ізомерів жирних кислот). Дослідження комбінованих рослинно-тваринних жирів (метод Рейхера – Мейсля). Оформлення протоколу лабораторних досліджень з висновком про можливість використання жиру в харчуванні людей.

ВИЗНАЧЕННЯ ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ПОКАЗНИКІВ ЖИРУ

Метод визначення кислотного числа.

Кислотне число – це кількість калію гідроксиду, виражена у міліграмах, необхідна для нейтралізації вільних жирних кислот, що містяться в 1 г жиру. Кислотне число, поряд з іншими фізико – хімічними показниками, характеризує якість жиру. Наприклад, якщо у жирі, виготовленому з дозрілого насіння, вільних жирних кислот мало, то у жирі з недозрілого насіння вміст вільних жирних кислот мало, то у жирі з недозрілого насіння вміст вільних жирних кислот значно вищий. Під час зберігання жиру спостерігають нагромадження вільних жирних кислот, тобто зростає кислотність. Підвищення кислотності вказує на зниження якості жиру.

Принцип методу полягає у тому, що вільні жирні кислоти, які містять жири, відтитровують 0,1 н. розчином калію гідроксиду. Титрування проводять калію гідроксидом, а не натрію гідроксидом, тому що утворені калієві мила краще розчиняються за умов досліду.

Реактиви:

1. Спиртефірна суміш (1:1), нейтралізована 0,1 н. розчином калію гідроксиду до рожевого забарвлення за наявності фенолфталеїну.
2. 1,0 % спиртовий розчин фенолфталеїну (1 г фенолфталеїну розчиняють у 70 мл спирту і 30 мл води).
3. 0,1 н. спиртовий (96%) розчин калію гідроксиду.
4. Олія або тваринний жир.

Техніка визначення. У конічну колбу місткістю 50-100 мл вносять 0,5 г жиру розтоплюють на водяній бані за температури 50 – 60 °С і розчиняють у 20 мл спиртоєфірної суміші. До прозорого розчину доливають 3 – 4 краплі фенолфталеїну і за постійного перемішування титрують 0,1 н. спиртовим розчином калію гідроксиду до появи блідо – рожевого забарвлення. Забарвлення після перемішування не повинно зникати впродовж 0,5 – 1,0 хв.

Кислотне число (КЧ) обчислюють за формулою:

$$KЧ = \frac{V \cdot T \cdot 5,61}{n},$$

Де Т – коефіцієнт поправки на титр 0,1 н. розчину калію гідроксиду;

V – кількість 0,1 н. розчину основи, використаної на титрування, мл;

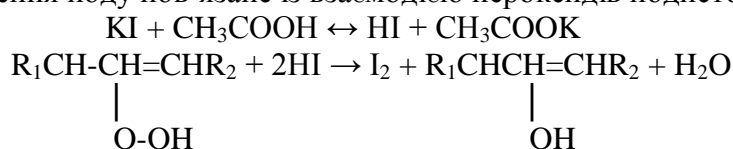
5,61 – коефіцієнт перерахунку мілілітрів 0,1 н. розчину калію гідроксиду на міліграми; n – наважка жиру, г.

Метод визначення перекисного числа. Перекисне число означає скільки пероксидів у жирі (найчастіше його виражають у відсотках за вмістом йоду, витраченого на титрування гідро пероксидів, які виділилися з 1 г жиру). Визначення проводять за ГОСТ 26593 – 85.

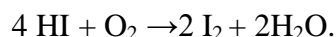
Під час зберігання в жирі відбуваються окисні процеси, унаслідок яких утворюються перокси. У свіжому жирі перокси відсутні, але за наявності кисню повітря вони дуже швидко з'являються.

Принцип методу ґрунтується на взаємодії пероксидів жиру з водним насиченим розчином калію йодиду і виділенні йоду, який відтитровують 0,1 н. розчином натрію тіосульфату за наявності крохмалю.

Виділення йоду пов'язане із взаємодією пероксидів йодистоводневої кислоти:



Якщо в жирі перокси відсутні, то виділення вільного йоду протягом 3-5 хв не спостерігають. Після цього йод може виділитись унаслідок окислення йодистоводневої кислоти киснем повітря:



Техніка визначення. Калію йодид має бути свіжоприготовлений, 50-55% розчин. Розчин крохмалю – 0,5 %. Забарвлення йод-крохмального розчину повинно бути синім (блакитним), а не фіолетовим. Готують так: 5г розчиненого крохмалю змішують з 30 см³ води, доводять цю суміш до 1000 см³ перевареною водою і кип'ятять 3 хв. Масу проби визначають за таблицею:

Приблизне значення перекисного числа, ммоль/кг	Маса проби, г
Від 0 до 6	5 – 2
Від 6 до 10	2 – 1,2
Від 10 до 15	1,2 – 0,6
Від 15 до 25	0,6 – 0,3
Від 25 до 40	0,3 – 0,1

Пробу зважують у колбі, додають 10 см³ хлороформу, швидко розчиняють пробу, доливають 15 см³ ацетатної кислоти льодової та 1 см³ KI, закривають колбу, перемішують вміст протягом 1 хв та залишають у темному місці на 5 хв за температури 15 – 20 °С. Потім додають 75 см³ свіжоперегнаної води, ретельно перемішують та додають 5 – 10 крапель розчину крохмалю. Йод, який виділився, титрують розчиною Na₂S₂O₃ (тіосульфат натрію) – концентрація 0,002 моль/дм³ – до знебарвлення. Паралельно проводять контрольне дослідження. Перекисне число розраховують за формулою :

$$X = \frac{(U_1 - U_0) \cdot C \cdot 100}{m},$$

де U₁ – об'єм розчину Na₂S₂O₃, необхідний для титрування дослідної проби;

U₀ – об'єм розчину Na₂S₂O₃, необхідний для титрування контрольної проби;

C – концентрація Na₂S₂O₃; m – маса наважки, г.

Метод визначення діє нових кон'югатів ненасичених вищих жирних кислот.

Кон'юговані жирні кислоти утворюються в жирах унаслідок окислення, полімеризації та при лужній ізомеризації олій, коли не спряжені кислоти переходять у спряженні.

Принцип методу полягає в тому що, при перекисному окисненні у стадії утворення вільних радикалів у молекулах ПНЖК виникає система сполучених (спряжених) подвійних зв'язків, що супроводжується появою нового максимуму у спектрі поглинання: $\lambda_{\max} = 233\text{nm}$; $E = 2,2 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^{-1} \cdot \text{M}^{-1}$.

Реактиви:

- 1) гептан;
 - 2) ізопропіловий спирт;
 - 3) приготування 0,1 М фосфатного буферного розчину (рН 7,6);
- а) 9,072 г KH_2PO_4 доливають до 1 літра водою;
- б) 11,866 г $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ доливають до 1 л водою або 23,87 г $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ розчиняють в 1 л дистильованої води;
- в) змішують 11,5 мл розчину KH_2PO_4 та 88,5 мл розчину $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Техніка визначення. У поліетиленові пробірки вносять 0,5 г олії чи жиру, додають 1 мл 0,1 М фосфатного буфера (рН 7,6) та 9 мл екстракційної суміші гептану з ізопропіловим спиртом в об'ємному співвідношенні 1:1.

Одержану суміш щільно закривають корком, щоб уникнути випаровування екстракційної фази під час центрифугування, і центрифугують протягом 10 хв на центрифугу ЦУМ-1 при 4000 об/хв.

Надосадову фракцію переносять до градуйованих пробірок і додають 1/10 об'єму дистильованої води. Після дворазового струшування і розподілу фаз відсмоктують верхню гептанову фазу. До рівних об'ємів по 0,5 мл гептанової фази додають етиловий спирт в об'ємному співвідношенні 1:5 (0,5 мл гептанової суміші та 2,5 мл етанолу).

Оптичну густину проб визначають на приладі СФ- 16 при 233 нм у кварцевих кюветах місткістю 3 мл. Як контроль використовують проби, що містять лише екстракційну фазу, де замість 0,5 жиру – 1 мл 0,1 М фосфатного буфера (рН 7,6).

Вміст діє нових кон'югатів у пробі розраховують, виходячи з величини молярного коефіцієнта екстинції при 233 нм для сполучених дієнів ПНЖК, який дорівнює $2,2 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^{-1} \cdot \text{M}^{-1}$.

Метод визначення числа Рейхера – Мейссля. Число Рейхера – Мейссля визначає, яка кількість мілілітрів 0,1 н. розчину КОН необхідна для нейтралізації розчинених у воді летких жирних кислот, що було виділено в суворо визначених умовах із 5 г жиру.

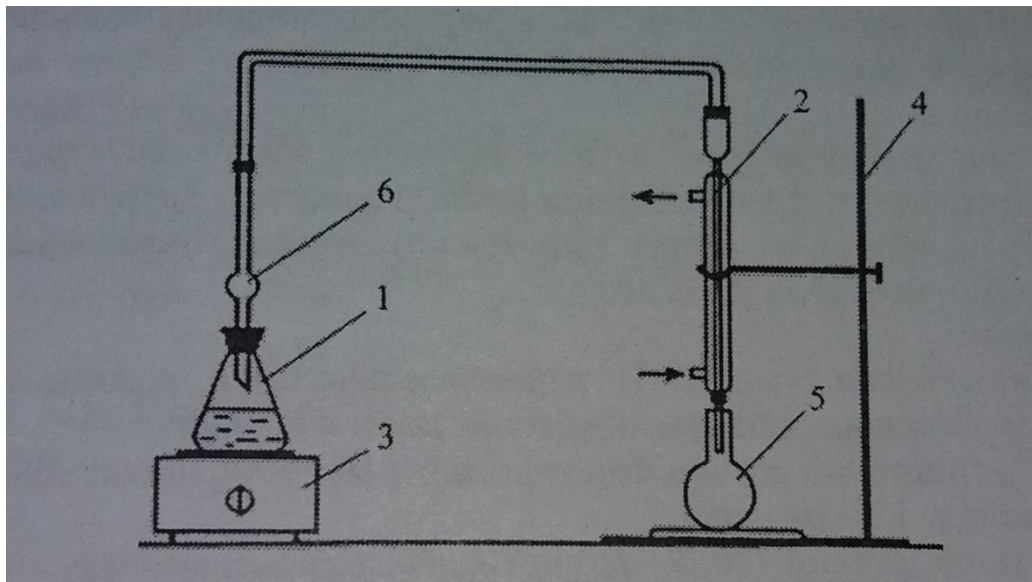
Число Рейхера – Мейссля застосовують тоді, коли необхідно визначити вміст гліцеридів низькомолекулярних кислот або низькомолекулярних кислот у досліджуваному жирі.

Метод ґрунтується на титруванні водорозчинних летких жирних кислот, які було виділено з омиленого жиру шляхом перегонки з водяною парою.

Перегонку водорозчинних летких низькомолекулярних кислот здійснюють у лабораторних умовах за схемою (мал. 1).

Реактиви:

- гліцерин;
- натрію гідроксид (концентрація 0,1 моль/ dm^3);
- натрію гідроксид (25% розчин);
- сульфатна кислота (5% розчин);
- фенолфталеїн.



Мал. 1. Схема лабораторної установки для перегонки з водяною парою водорозчинних летких низькомолекулярних кислот:

- 1 – колба з досліджуваним жиром; 2 – холодильник;
3 – електроплитка з регульованим підігрівом; 4 – штатив;
5 – колба для дистилату; 6 – каплевловлювач.

Підготовка контрольного зразка молочного жиру

Зразок масла (5 – 10 г), який не містить немолочних жирів, кладуть у склянку місткістю 150 см³ і ставлять на водяну баню за температури 55±5°C. Після розділення жиру та плазми шар жиру відокремлюють титруванням.

У конічну колбу місткістю 250 см³ кладуть 5,0 ± 0,5 г контрольного зразка молочного жиру. До наважки додають 5 см³ розчину гідроксиду натрію та 18 см³ гліцерину. Колбу нагрівають до кип'ятіння. Кипіння супроводжується сильним піно виділенням, при цьому колбу періодично знімають з електроплитки. Нагрівання виконують до тих пір, поки суміш у колбі не стане прозорою, що свідчить про закінчення процесу омилення жиру. Омилення закінчують протягом 15 – 20 хв.

Після омилення контрольного зразка молочного жиру в колбу доливають 90 см³ дистильованої води за температури 85 ± 5°C і перемішують, потім додають 50 см³ розчину сульфатної кислоти та кілька кусочків фарфору або скляних трубок. Після цього колбу приєднують до холодильника за допомогою капле вловлювача і ставлять на електричну плитку (мал. 24). Як приймач дистилату використовують мірну колбу місткістю 110 см³. Інтенсивність нагрівання регулюють таким чином, щоб одержати 110 см³ дистилату протягом 20 – 30 хв. Коли буде відігнано 110 см³ дистилату, перегонку закінчують. Мірну колбу з дистилатом охолоджують до кімнатної температури і дистилат фільтрують через сухий, гладенький, щільно прилеглий до лійки паперовий фільтр у мірну колбу місткістю 100 см³.

Фільтрат, який утворився, переливають у конічну колбу, споліскують мірну колбу невеликою кількістю води (10 – 15 см³), яку також додають до конічної колби; додають 3 – 4 краплі розчину фенолфталеїну та титрують розчином натрію гідроксиду до появи рожевого забарвлення, яке не змінюється протягом 30 с.

Визначення транс-ізомерів жирних кислот. До 125 см³ суміші бензола й абсолютного метилового спирту (1:3) обережно приливають 2 г сульфатної кислоти. Зважують 1 г жиру у колбі Ерленмейера місткістю 125 см³ зі стандартним шліфом і розчиняють у 60 см³ кислої суміші. Приєднують зворотній холодильник і кип'ятять 2, 5 год. Охолоджують, переносять у ділільну лійку місткістю 250 см³ і додають 100 см³ дистильованої води.

Екстрагують двома порціями (по 50 см³) двічі перегнаного петролейного ефіру (температури 30 – 60°C) і промивають увесь зібраний екстракт порціями (по 20 см³) дистильованої води до нейтральної реакції за наявності метилового червоного.

Висушують екстракт безводною сульфатною кислотою і випаровують розчинник на водяній бані під слабким струменем високо очищеного азоту (не треба зволікати зі стадією висушування).

Одну кювету заповнюють розчинником (сірковуглець), а другу – приготовленою пробєю (користуються шприцем із короткою і товстою голкою) і вимірюють на інфрачервоному спектрометрі.

Для розрахунків порівнюють криву проби з відповідною кривою стандарту. Реєструють оптичну густину на піці 10, 36 мкм або перераховують пропускання на одній точці в оптичній густині і розраховують коефіцієнт поглинання. На графіках зображують базисну лінію від 10,05 до 10,67 мкм (для тригліцеролів). На графіках, які реєструють пропускання світла, проводять вертикальну лінію на верхівці піка (приблизно 10,3 мкм) до нульової лінії графіка а, до нульового піка в і базисну лінію с. фракційне пропускання світла дорівнює av/as . Цю величину переводять у коефіцієнт поглинання, а потім коректують за фоновою абсорбцією шляхом унесення поправок.

Якісне визначення вмісту нікелю в маргарині. До 10 г маргарину додають 10 мл 25 % хлоридної кислоти (її густина = 1,12). Струшують, нагрівають упродовж 30 хв. Охолоджують, фільтрують через попередньо змочений паперовий фільтр у фарфорову чашку.

До фільтрату додають 2 – 3 мл концентрованої нітратної кислоти. Ставлять на водяну баню і випаровують досуха. Додають 10 мл води, перемішують, фільтрують через звичайний фільтр у пробірку, додають 0,5 мл 1% спиртового розчину диметилгліоксиму та 1 мл 10% розчину аміаку.

Про наявність нікелю свідчить поява рожевого забарвлення. Це – нікелю диметилгліоксим.

Якісне визначення вмісту антиоксиданта бутилокситолуолу (БОТ). У пробірці на водяній бані розплавляють 1 г жиру з 5 мл ізопропілового спирту, додають 2 мл хлоридного розчину о-діанізидину та 1 мл 0,2 % розчину натрію нітрату. Залишають на 10 хв. Потім суміш збовтують з 5 мл хлороформу. Рожевий нижній шар свідчить про наявність БОТ.

Приготування о-діанізидину: наважку о-діанізидину масою 0,5 г занурюють у 100 мл ізопропілового спирту, добре збовтують. Суміш фільтрують, 40 мл фільтрату переносять у мірну колбу місткістю 100 мл і доводять до позначки 1М розчину хлоридної кислоти.

Якісне визначення вмісту антиокисника бутилоксианізолу (БОА). У пробірці на водяній бані розплавляють 1 г жиру з 2 мл 72 % розчину етилового спирту. До одержаної емульсії додають 1 мл суміші (1 частину розчину натрію нітрату та 99 частин сульфанілової кислоти), змішують і додають 1,2 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду. Пурпурово-червоне забарвлення суміші свідчить про наявність БОА.

Визначення точки плавлення жирів. Капіляр наповнюють жиром. Жир охолоджують. капіляр підвішують до термометра.

У хімічну склянку наливають воду за температури 20° С. Занурюють капіляр з термометром у воду. Воду в склянці підігрівають на спиртівці і відмічають температуру плавлення жиру.

Лабораторна робота №6 Гігієнічна експертиза риби і рибних продуктів

Мета заняття. Навчити студентів методики гігієнічної експертизи риби та рибних продуктів із складанням висновку про можливість і порядок їх реалізації.

Методичне обґрунтування заняття. Користуючися підручником та рекомендованою літературою студенти з'ясовують питання, що стосуються якості риби і рибних продуктів, які належать до таких, що швидко псуються.

Основні питання теми:

Харчова і біологічна цінність риби.

Способи консервування риби.

Види псування риби і рибних продуктів. Умови, що їх спричиняють.

Методика органолептичного, фізико-хімічного та мікробіологічного досліджень якості риби і рибних продуктів.

Самостійна робота студентів.

Підготовлення до заняття за підручником і рекомендованою літературою вдома. Формування власного уявлення про етапи експертизи риби і рибних продуктів: органолептичне дослідження (зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак, стан зябрів, очей, наявність "іржі", "засмаглості" тощо), фізико-хімічне дослідження (рН, визначення аміаку за Ебером і Несслером, сірководню тощо), мікробіологічне дослідження (визначення мікробного числа, вмісту колі-форм, патогенних мікробів). Оформлення протоколу лабораторного дослідження з висновком про якість риби, можливість і порядок її реалізації.

ВИЗНАЧЕННЯ ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ПОКАЗНИКІВ РИБИ

Визначення реакції м'язової тканини риби.

У тушці риби роблять неглибокі надрізи, в які кладуть смужки лакмусового паперу, змочені водою, і притискають їх до м'яса скляною паличкою. Через 10 хв смужки лакмусового паперу переносять на білу поверхню і порівнюють з кольором контрольних папірців, змочених водою.

Для свіжої риби характерною є наявність кислого середовища, про що свідчить почервоніння лакмусового паперу. Для риби, яку зберігали тривалий час, з ознаками автолізу, характерною є нейтральна реакція, на що вказує фіолетовий колір лакмусового папірця. Посиніння лакмусового папірця свідчить про лужне середовище, що є характерним для риби несвіжої, з виразними ознаками гниття.

Визначення концентрації водневих іонів рН-метром.

Готують витяжку з 1 частини фаршу з їстівної частини риби і 10 частин води. Екстрагують протягом 10 хв. Концентрація водневих іонів визначають потенціометрично на рН-метрі.

Риба, придатна для їжі, має рН від 6,5 до 6,8; рН риби сумнівної свіжості - 6,9-7; несвіжої - 7,1 і вище.

Редуктазна проба.

Метод ґрунтується на здатності відновного фермента редуктази, який виділяють гнильні мікроорганізми, знебарвлювати окисно-відновні індикатори, зокрема метиленовий синій.

Наважку фаршу риби вагою 5 г кладуть у пробірку, заливають дистильованою водою, збовтують і залишають на 30 хв. Після цього додають 1 см³ водного розчину метиленового блакитного (концентрація 1 г/дм³), пробірку збовтують, щоб фарш рівномірно зафарбувався, екстракт заливають шаром вазелінової олії заввишки 1 см. Пробірку ставлять у термостат і спостерігають за знебарвленням екстракту.

Екстракт з фаршу несвіжої риби знебарвлюється через 20-40 хв; екстракт з несортованої риби - через 40 хв - 2 год 30 хв; з риби першого і другого гатунків - через 2 год 30 хв і більше. Під час визначення результатів наявність синього кільця під шаром вазелінової олії не враховують.

Проба на індол.

Метод ґрунтується на здатності спиртового розчину індола за наявності парадиметилуамінобензальдегіду і хлоридної кислоти давати червоне забарвлення.

Фарш досліджуваної риби(20г) розтирають у ступці з 10см³ етилового спирту(950г/дм³) до одержання однорідної маси, потім переносять у колбу об'ємом 200-250см³. Додають 50см³ етилового спирту, вставляють у шийку колби лійку і нагрівають на киплячій водяній бані протягом 5хв, рахуючи з моменту закипання спирту. Спиртову витяжку відфільтровують через марлю у фарфорову чашку, залишок фаршу в марлі віджимають і весь фільтрат випарюють на водяній бані до об'єму 5-7 см³. Залишок переносять у мірний циліндр, об'єм доводять спиртом до 10см³ і фільтрують через складчастий фільтр. Одержаний фільтрат у кількості 5см³ переносять у пробірку, додають 0,5 концентрованої хлоридної кислоти, перемішують і пробірку ставлять на киплячу водяну баню на 20с.

За наявності індолу рідина забарвлюється у рожевий колір, інтенсивність забарвлення визначає кількість індолу. Виявлення індолу в м'ясі риби свідчить про наявність у ній гнильних процесів.

Визначення вмісту гістаміну в рибі.

Гістамін - поширений біогенний амін, накопичення якого в рибі може спричинювати харчові отруєння.

Рибу, відібрану для дослідження, розморожують, очищують від механічних забруднень і луски (мити рибу не можна). Для дослідження беруть тільки їстівну частину риби без шкіри і кісток, пропускають через м'ясорубку, фарш перемішують і відбирають пробу для дослідження.

Наважку (10 г) кладуть у мікроподрібнювач тканин, додають 25см³ метанолу і перемішують протягом 5хв. Одержану суміш переносять до плоскодонної колби місткістю 100см³, прополіскують посуд змішувача метанолом (15-20см³), заливають у колбу, забезпечену дефлегматором і нагрівають на водяній бані до температури 60°C протягом 15хв; потім охолоджують до кімнатної температури і фільтрують через паперовий складчастий фільтр у мірну колбу місткістю 50см³. Осад промивають метанолом і об'єм доводять до позначки. Екстракт можна зберігати в холодильнику протягом кількох тижнів. У скляну хроматографічну колонку (60х30мм) заливають суспензію іонообмінної смоли "Аніоніт АПА-12" до утворення стовпчика заввишки 10 мм і промивають дистильованою водою(20см³). Наносять 5см³ метанолового екстракту, додають 5см³ хлоридної кислоти концентрацією 1моль/дм³, пропускають через колонку і розводять дистильованою водою до одержання 35см³ елюату. Елюат треба зберігати в холодильнику.

Побудова калібрувальної кривої. Для приготування основного розчину, який містить 10мкг/см³ гістаміну, 2,5 мг гістаміну розчиняють у 0,1% хлоридній кислоті(концентрація - 0.1 моль/дм³) у мірній колбі місткістю 100см³, доводять хлоридною кислотою (концентрація – 0,1 моль/дм³) до позначки і одержують робочі розчини з концентраціями 0,1; 0,2 і 0,3 мкг/см³ відповідно.

Основний розчин гістаміну зберігають у холодильнику протягом тижня, робочі розчини готують щоденно.

По 10см³ кожного робочого розчину вносять у колби місткістю 50см³, додають по 10см³ хлоридної кислоти (концентрація 0,1 моль/ дм³), 3см³ їдкого натру (концентрація 0,1 моль/ дм³) і змішують. Під час перемішування вносять 1см³ метиного розчину о-фталевого альдегіду (0,01 гдм³/), через 4хв додають 3см³ фосфорної кислоти (концентрація 3,47 моль /дм³) і залишають на 1,5 год за кімнатної температури. Вимірюють інтенсивність флуоресценції робочих стандартних розчинів гістаміну при λ збудженні – 365 нм, λ емісії – 465нм. Ґрунтуючися на одержаних даних будують калібрувальну криву залежності інтенсивності флуоресценції від концентрації гістаміну в розчині. Кожна поділка вісі абсцис відповідає 0,02 мкг гістаміну в 1см³ розчину.

Кількісне визначення вмісту гістаміну в рибних продуктах.

Елюат у кількості 10см³ вносять у колбу місткістю 50см³, додають 10см³ хлоридної кислоти (концентрація 0,1 моль/дм³) і перемішують. Надалі дослідження проводять так само як для побудови калібрувальної кривої.

Якщо зразки містять понад 100 мг/кг гістаміну, необхідно брати 1см³ елюату, добавляти 10см³ хлоридної кислоти концентрацією 0,1/см³ і надалі повторювати дослідження кількісного визначення гістаміну. Для цього використовують калібрувальну криву.

Вміст гістаміну в рибі розраховують за формулою:

$$\Gamma = \frac{C_0 \cdot A \cdot B \cdot \Phi}{B \cdot P},$$

де Γ – кількість гістаміну в рибі, мг/кг; C_0 – концентрація гістаміну в розчині зразка, визначена за калібрувальною кривою, мкг/см³; P – наважка зразка, г; A – об'єм метанольного екстракту, см³; B – кількість метанольного екстракту, пропущеного через колонку, см³; V – об'єм елюату, см³; Φ – фактор розведення, який розраховано формулою:

$$\frac{\text{елюат (см}^3\text{)} + 0,1 \text{ моль/дм}^3 \text{ HCl}}{\text{елюат (см}^3\text{)}}.$$

Для визначення вмісту гістаміну використовують спектрофотометр «Спекол» із вимірювальною приставкою для визначення флуоресценції.

Література

Основна

Смоляр В.І. Харчова експертиза. – К.: Здоров'я, 2005. – 465 с.

Медико – биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. – М., 1989.

Додаткова:

4. Санітарно – гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды. – К.: Здоров'я, 1991. – С. 121-141.

5. Смоляр В.І. Фізіологія та гігієна харчування. – К.: Здоров'я, 2000. – 320с.

6. Основні ДСТУ, ГОСТи, ТУ.

Лабораторна робота 7

Гігієнічна експертиза банкових консервів

Мета заняття. Навчити студентів методики гігієнічної експертизи банкових консервів зі складанням висновку про можливість і порядок реалізації для харчування

Методичне обґрунтування заняття. Завдяки рекомендованій літературі студенти з'ясовують значення якості і безпеки банкових консервів у запобіганні виникненню харчових отруєнь, дізнаються про особливості технології виробництва таких консервів. Кожен студент керуючись лабораторним практикумом, проводить експертизу проби банкових консервів оформлює протокол лабораторного дослідження з висновком про можливість і порядок реалізації їх для харчування людей.

Крім дослідження зразків банкових консервів студенти знайомляться з різними видами бомбажу та іншими дефектами таких консервів.

Основні питання теми:

1. Технологічний процес виготовлення консервів та гігієнічні вимоги до нього.
2. Роль банкових консервів у виникненні харчових отруєнь та запобігання цьому.
3. Пресерви та умови їхнього зберігання.
4. Особливості органолептичних, фізико – хімічних і мікробіологічних досліджень банкових консервів.

Самостійна робота студентів.

Дослідження консервів за схемою:

Зовнішній огляд банкових консервів: маркування, зім'ятості, патьоки, іржа, цілісність швів, бомбаж. *Проба на герметичність.* *Стан вмісту банки:* органолептичні показники (зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак), фізико – хімічні показники (кислотність заливки, реакція на згірклість олії, наявність солей важких металів тощо) мікробіологічні показники.

Вигляд внутрішньої поверхні банки: стан захисного покриття, гумових прокладок, наявність темних плям або "мармуровості фігур травлення", якісна реакція на вміст свинцю в полуді.

Оформлення протоколу дослідження зі складанням мотивованого висновку про можливість і порядок реалізації консервів для харчування людей.

Визначення зовнішнього вигляду, герметичності і стану внутрішньої поверхні металевої тари

Відібрані одиниці пакування (банки, пляшки) оглядають щодо стану маркування, дефектів тари і ступеня їхнього поширення.

Герметичність металевої тари визначають шляхом арбітражного методу за допомогою вакууму. Для цього банки з консервованою продукцією кладуть на 3 хв. У нагріту до температури 70 – 80 °С воду. Потім ретельно витирають досуха, шви протирають ватою, змоченою бензином. Корпус банки обгортають смужкою фільтрувального паперу, на обидва кінці банки надівають гумові кільця. Банку, підготовлену таким чином, кладуть у герметично закриту посудину, з'єднану з вакуум – насосом, і викачують повітря з посудини до розрідження 745 – 750 мм.рт.ст. (залишковий тиск – 10 – 15 мм.рт.ст.). Банки витримують у вакуумі протягом 2 – 3 хв. У разі порушення герметичності тари на папері залишаються плями жиру, соку або заливки, які виступають із банки. Герметичність металевої тари можна визначити також шляхом занурення банок у теплу воду. При цьому треба врахувати, що окремі піхурці повітря, які з'являються на початку досліду в різних місцях і швидко зникають, не є показником негерметичності тари.

Стан внутрішньої поверхні банок перевіряють після звільнення їх від вмісту, промивання водою і протирання досуха. Реєструють наявність і ступінь поширення темних плям, які утворилися внаслідок розчинення полуди і оголення заліза або сірчистих та інших сполук;

наявність і ступінь поширення іржавих плям та інших дефектів, а також стан гумових прокладок біля кришок банок.

ВИЗНАЧЕННЯ ФІЗИКО – ХІМІЧНИХ ПОКАЗНИКІВ КОНСЕРВІВ

Визначення рН консервів виконують згідно з ГОСТ 26188 – 84 (див. дослідження овочів та плодів)

Визначення вмісту хлоридів у плодоовочевих, м'ясних і м'ясо – рослинних консервах проводять згідно ГОСТ 26188 – 84 (див. дослідження овочів та плодів)

Визначення вмісту солей важких металів у консервах.

Наважку (40г) кладуть у фарфоровий тигель, додають 0,5 г. MgO та 5 мл. Концентрованої HNO_3 , перемішують і залишають на 1 – 2 год. Підсушують на пісковій бані. Потім спалюють у муфельній печі при червоному калінні. Додають 1 -2 мл. Дистильованої води, перемішують, додають 20 мл. 25% розчину HCl . Тигель підігрівують, перемішують вміст, охолоджують.

Вміст тигля фільтрують через фільтр у колбу. Двічі промивають золу 25% розчином HCl , а третій раз – гарячою водою (20 мл.)

У колбу вносять 0,5 г алюмінієвої стружки, підігрівують колбу, додають 2 – 3 шматочки мармуру (CaCO_3), кип'ятять.

Якщо освітлення суміші не відбувається, додають ще 3 – 4 шматочки мармуру. Охолоджують, додають 1 мл. 10% розчину KI та 1 мл. 1% розчину крохмалю. Титрують 0,01 н. розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ відповідає 0,01 н. розчину олова:

$X = 0,615 \text{ (або } 1,23) \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1000 : g$, де X – кількість солей важких металів, мг/кг; 0,615 – кількість олова, яка відповідає 0,02 н. розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; V_1 – кількість $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, необхідна для титрування дослідної проби; 1000 – коефіцієнт перерахунку на кг; g – наважка (10 г).

Визначення вмісту свинцю в консервах.

Наважку (15г) підсушують, звуглюють і спалюють у муфельній печі при червоному калінні.

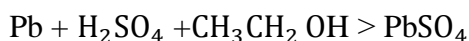
До золи додають 5 мл HCl у розведенні 1:1 і 1 краплю пергідролю. Випарюють на водяній бані досуха.

Залишок розчиняють у 2 мл 10% розчину HCl і 3 мл гарячої води. Фільтрують через змочений фільтр у мірний циліндр, промивають тричі водою (по 5 мл) і додають об'єм до 25 мл.

Виконують якісну реакцію на свинець. До 5 мл фільтрату додають 2- 3 краплі насиченого розчину CH_3COONa (або міцної HCl) і 3 краплі 5 % розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Поява жовтого осаду свідчить про наявність свинцю. Для підтвердження якісної реакції проводять пробу з KI та CH_3COONa . За наявності свинцю з'являється опалесцентна каламуть за реакцією:



Для підтвердження результатів якісної реакції проводять пробу з 96° спиртом та H_2SO_4 . За наявності свинцю утворюється біла каламуть за реакцією:



Кількісне визначення вмісту свинцю за допомогою нефелометричного способу.

До 2 мл фільтрату додають 2- 3 краплі насиченого розчину CH_3COONa і доводять водою до позначки. Потім додають 3 краплі 5% розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. З'являється каламуть.

Для порівняння каламуті готують шкалу стандартних розчинів $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$: основний розчин – в 1 мл міститься 2мг Pb (основний розчин розводять у 100 разів).

Готують шкалу стандартів:

пробірки:

1-ша – 1 мл стандартного розчину (0,2 мг Pb)

2-га – 2 мл стандартного розчину (0,04 мг Pb)

3-тя – 4 мл стандартного розчину (0,08 мг Pb)

4-та - 8 мл стандартного розчину(0,12 мг Pb)

5-та - 10 мл стандартного розчину(0,2 мг Pb)

+ 3 краплі 1% розчину $K_2Cr_2O_7$.

До кожної пробірки додають по 3 краплі CH_3COONa і доводять водою до позначки(25мл),збовтують.

Порівнюють, колориметрують.Розрахунок виконують за формулою:

$$X = a \cdot 25 \cdot 100 : 2 \cdot 15,$$

де а – показник,25 – місткість колби,2- кількість фільтрату,мл.

Визначення вмісту натрію бензоату в пресервах з риби та морепродуктів (ГОСТ 27001-86).

Зважують 100г проби і кількісно переносять її за допомогою дистильованої води у мірну колбу місткістю 500мл,доводячи об'єм до 250-300 мл. Вміст колби підлужнюють до pH7,5 – 8 за допомогою 100г/дм³ розчинуNaOH, нагрівають на киплячій водяній бані протягом 30 хв, охолоджують до кімнатної температури.

У колбу приливають 20мл розчину заліzosиньородистогокалію (концентрація150г/дм³) та20 мл розчину цинку сульфату (концентрація300г/дм³), обережно перемішуючи вміст після додання кожного реактиву. Об'єм у колбі доводять дистильованою водою до позначки.Закривають її корком,старанно перемішують,залишають на 30 хв,фільтрують у суху колбу спочатку через подвійний шар марлі,а потім через паперовий складчастий фільтр. Фільтрат повинен бути прозорим.

Одержаний фільтрат у кількості 100мл переносять у ділильну лінійку,нейтралізують розчином сульфатної кислоти(1:1) і додають ще 2 мл зазначеного розчину сульфатної кислоти при екстракції ефіром.

За використання етилового ефіру екстракцію бензойної кислоти проводять двома порціями(по 50мл) ефіру обережними обертальними рухами ділильної лійки протягом 5 хв.

Об'єднані в ділильній лінійці ефірні витяжки промивають дистильованою водою (по15мл) тричі,видаляючи кожний раз нижній водний шар після відстоювання. Водна фаза останнього промивання повинна мати нейтральну реакцію за лакмусом або універсальним індикаторним папером.

Ефір з ділильної лійки зливають у колбу,випаровують досуха за температури водяної бані не вище ніж 40°C

До сухого залишку у колбі після видалення ефіру додають 30 – 50 мл етилового спирту, нейтралізованого фенолфталеїном, 7 – 10 мл, дистильованої води, 2 краплі фенолфталеїну і титрують 0,05 М розчином NaOH.

Розрахунок виконують за формулою:

$$X = V \cdot k \cdot 0,0071 \cdot V_1 \cdot 100 / V_2 \cdot m,$$

Де X – кількість натрію бензонату; V – об'єм 0,05М розчину NaOH, використаного на титрування;

k – коефіцієнт перерахунку на точний 0,05М розчин NaOH; 0,0071 – кількість натрію бензонату,який відповідає 1 мл 0,05 розчину NaOH,г; V_1 - об'єм фільтрату,необхідний для екстракції,мл; V_2 - загальний об'єм проби,мл; m- маса досліджуваного продукту,г.

Для перерахунку вмісту натрію бензоату,одержаного з використанням етилового ефіру, результати дослідження помножити на 0,88.

Визначення вмісту солі в консервах.

Наважку продукту (3-5г) розтирають з піском або склом у ступці і кількісно переносять у колбу місткістю 100см³, доливають дистильованою водою до об'єму 100см³. Залишають на 15 – 30 хв. Каламутний розчин фільтрують,до 10мл фільтрату додають 2- 3 краплі $K_2Cr_2O_4$ і титрують 0,1 н. розчином срібла нітрату до появи цегельночечевоного забарвлення.

Кількість солі – X (%) – визначають за формулою: $x = \frac{a \cdot 0,00585 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 10}{10 \cdot 20 \cdot 5}$, де а- кількість розчину срібла нітрату, яку використано на титрування фільтрату, см³; 0,00585 – коефіцієнт перерахунку; 5- наважка продукту, г.

Визначення вмісту олова у консервах(ГОСТ 26935-86).

Метод ґрунтується на мокрій мінералізації проби і кількісному визначенні вмісту олова колориметричним способом за допомогою розчинів тіосечовини та кверцетину.

У мірну колбу місткістю 50см³ вносять аліквотний об'єм мінералізату, що дорівнює 5см³, і обережно нейтралізують із бюретки розчином натрію гідроксиду або водним аміаком з використанням лакмусового паперу, або 2,4 – динітрофенолу, розчин якого вносять в мірну колбу в кількості 0,1см³. Нейтралізацію проводять з використанням лакмусового паперу до моменту змінювання кольору з червоного на синій, а з використанням 2,4 – динітрофенолу- до появи інтенсивного жовтого кольору. Визначають об'єм основи, використаної для нейтралізації.

Об'єм розчину в колбі доводять до 10см³ дистильованою водою, послідовно додають 5см³ розчину сульфатної кислоти (концентрація - 83 г/дм³) та 10см³ розчину тіосечовини. Вміст колби змішують.

У кожену колбу вносять по 5см³ розчину кверцетину, одразу доводять об'єм розчину майже до позначки етиловим спиртом, перемішують і витримують на водяній бані за температури (20±2)°C протягом (25 ±5)хв. Після цього об'єм розчину в колбі доводять до позначки етиловим спиртом і змішують.

Приготування основного розчину олова у концентрації 0,1мг/см³. Металеве олово у кількості 0,1 г зважують у склянці місткістю 50см³ і розчиняють під час слабкого нагрівання на електричній плитці в 10см³ концентрованої хлоридної кислоти з додаванням 2см³ водню пероксиду. До розчину додають 40см³ концентрованої хлоридної кислоти і кількісно переносять за допомогою дистильованої води в мірну колбу місткістю 1000см³. Об'єм розчину в колбі доводять до позначки дистильованою водою.

Приготування розчинів порівняння контрольного розчину та побудова градуйованого графіка.

Для приготування розчинів порівняння 25см³ основного розчину олова вносять у мірну колбу місткістю 100см³, об'єм розчину в колбі доводять до позначки дистильованою водою і змішують.

Розчин готують безпосередньо перед використанням. Він містить 25мкг олова в 1 см³.

У мірні колби місткістю 50см³ вносять 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 та 5,0см³ розчину, що відповідає 10, 25, 50, 75, 100 та 125 мкг олова. У кожену колбу вносять по 1 см³ розчину натрію хлориду. Об'єм розчину в колбі доводять до 10см³ дистильованою водою, послідовно додають 5см³ розчину хлоридної кислоти (концентрація - 83 г/дм³) та 10 см³ розчину тіосечовини. Вміст колби змішують.

У кожену колбу вносять по 5см³ розчину кверцетину, одразу доводять об'єм майже до позначки етиловим спиртом, змішують і витримують на водяній бані за температури 20°C протягом 25 хв. Після цього об'єм розчину в колбі доводять до позначки етиловим спиртом і змішують.

Контрольний розчин готують аналогічно розчином порівняння без введення розчину олова.

Оптичну густину розчинів порівняння визначають за відношенням до контрольного розчину на фотоелектроколориметрів з використанням світлофільтра з $\lambda=437$ нм у кюветі з відстанню між робочими гранями 10 мм.

Градуйований графік будують, відкладаючи на вісі абсцис значення маси олова (мкг), внесеної в розчини порівняння, на вісі ординат - відповідні їм значення оптичної густини.

Розрахунок виконують за формулою:

$$X = \frac{m_{1 \cdot 50}}{Y_{1 \cdot m_1}}, \text{ або } \frac{m_{1 \cdot 50}}{Y_{1 \cdot y}}$$

Де X – кількість олова, мкг; m_1 – маса олова, визначена за градуїованим графіком, мкг; m – маса наважки продукту, необхідна для мінералізації, г; Y_1 – аліквотний об'єм мінералізату необхідний для мінералізації, см³; y – об'єм продукту, необхідний для см³; 50 – загальний об'єм мінералізату, см³

Література

Основна :

1. Смоляр В.І. Харчова експертиза. – К.: Здоров'я, 2005. – 463 с.
2. *Санитарно-гигиенические* методы исследования пищевых продуктов и воды / Под ред. Г.С. Яцулы. — К.: Здоров'я, 1991. — С. 79—88.
3. *Медико-биологические* требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. — М., 1989.
- Додаткова:
4. Смоляр В.І. Фізіологія та гігієна харчування. – К.: Здоров'я, 2000. – 320с

Лабораторна робота 8

Гігієнічна експертиза безалкогольних і алкогольних напоїв

Мета заняття. Навчити студентів методики гігієнічного оцінювання безалкогольних і алкогольних напоїв та складання протоколу з аргументованим висновком про можливість і порядок реалізації їх у харчуванні людей.

Методичне обґрунтування заняття. Після ознайомлення з темою та навчальною метою заняття студенти за підручником та рекомендованою літературою знайомляться з питаннями гігієнічної експертизи базалкогольних і алкогольних напоїв.

На лабораторному занятті кожен студент самостійно робить лабораторний аналіз проб безалкогольних і алкогольних напоїв. Хід виконання лабораторних аналізів фіксують у робочих зошитах і використовують для оформлення протоколу дослідження з висновком про якісний стан досліджуваних зразків безалкогольних і алкогольних напоїв, можливість та порядок їхнього використання для харчування людей.

Оцінювання якості та безпеки безалкогольних і алкогольних напоїв проводять за органолептичними (зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак) та фізико-хімічними (кислотність, вміст сухих речовин, спирту, діоксиду вуглецю, токсичних елементів, консервантів тощо) показниками.

Основні питання теми:

1. Види псування безалкогольних і алкогольних напоїв.
2. Використання харчових добавок у технології безалкогольних і алкогольних напоїв.
3. Показники якості та безпеки безалкогольних і алкогольних напоїв

Самостійна робота студентів.

Студенти вдома готуються до лабораторного заняття, використовуючи підручник та рекомендовану літературу. У лабораторії кожен студент одержує проби безалкогольних і алкогольних напоїв і самостійно проводить дослідження за схемою: органолептичні показники (стан тари, маркування, зовнішній вигляд, консистенція, колір, запах і смак), фізико-хімічні показники (кислотність, вміст сухих речовин, спирту, вуглекислого газу, токсичних елементів, консервантів, барвників тощо).

По закінченні лабораторного дослідження студенти складають протокол з висновком про можливість та порядок реалізації безалкогольних і алкогольних напоїв.

ВИЗНАЧЕННЯ ОРГАНОЛЕПТИЧНИХ ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ НАПОЇВ

Зовнішній вигляд газових напоїв, сиропів, розлитих у пляшки, визначають візуально. Оцінюють правильність наклеювання етикетки, наявність перекосів, деформацій, розривів, чистоту пляшки.

Прозорість і наявність сторонніх включень у пляшці визначають проглядаючи укупорені пляшки у світлі, що проходить, перевертаючи їх.

Смак і аромат напоїв визначають після наливання проби в дегустаційний келих за температури 10—14 °С (охолодження або нагрівання здійснюють на водяній бані). Оцінюють відповідність аромату і смаку вимогам НТД на готову продукцію.

ВИЗНАЧЕННЯ ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ПОКАЗНИКІВ

Визначення кислотності безалкогольних напоїв.

Метод ґрунтується на титруванні розчином основи всіх речовин з вмістом кислоти після повного звільнення напою від вуглекислого газу. Кислотність виражають у кубічних сантиметрах розчину натрію гідроксиду з концентрацією 1 моль/дм³, витраченого на титрування 100 см³ напою.

Перед проведенням аналізу газовані напої і кваси звільняють від основної кількості вуглекислого газу (ГОСТ 6687.3—86).

У 3 конічні колби з термостійкого скла місткістю 250 см³ наливають по 100 см³ дистильованої води і нагрівають до кипіння. Від середньої проби газованого напою відбирають по 10 см³ у кожену з колб з киплячою водою. Для Темнозabarвлених напоїв і квасів беруть по 5 см³ напою в колби з об'ємом 200 см³ киплячої дистильованої води. Закривши колбу лійкою, її вміст кип'ятять протягом 5 хв. Після закінчення кип'ятіння вміст колб швидко охолоджують у проточній воді до кімнатної

температури, додають 4—5 крапель 1 % спиртового розчину фенолфталеїну і титрують розчином натрію гідроксиду (концентрація 0,1 моль/дм³) до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с. Одну з колб використовують як контрольну для порівняння забарвлення.

Кислотність (X) визначають за формулою:

$$X = \frac{Y \cdot K \cdot 10}{A},$$

де Y — об'єм розчину натрію гідроксиду, необхідний для титрування, см⁻¹;

K — поправочний коефіцієнт розчину натрію гідроксиду;

A — об'єм напою або сиропу, необхідний для визначення, см³.

Визначення кислотності пива.

Кислотність пива визначають прямим титруванням проби з фенолфталеїном або потенціометричним методом (ГОСТ 12788—87 "Пиво. Методи визначення кислотності").

Попередньо пиво звільняють від вуглекислого газу: 150—200 см³ його наливають у колбу місткістю 500 см³, закривають корком з отвором, через який пропущено трубку для виходу газу, ставлять в апарат для струшування і струшують протягом 20—30 хв. Дозволяється струшувати вручну — закрити колбу долонею, періодично відкриваючи її, доти, доки не припиниться відчуття тиску зсередини. Після цього за допомогою циліндра відбирають 50 см³ пива, переносять до конічної колби і нагрівають на електричній плитці до температури 35—40 °С протягом 30 хв, періодично збовтують. Потім пиво охолоджують водою.

Темне пиво перед визначенням кислотності розводять у мірному циліндрі дистильованою водою у відношенні 1:2. Піпеткою відміряють 10 см³ підготовленого пива в конічну колбу місткістю 100 см³, додають 40 см³ дистильованої води і 3—4 краплі фенолфталеїну.

Зміст колби титрують розчином натрію гідроксиду (концентрація 0,1 моль/дм³) до появи слабкорозового забарвлення, яке зберігається не менш як 30 с.

Кислотність пива (X, см³) розраховують за формулою:

$$X = Y \cdot K_1 \cdot K_2$$

де Y — об'єм розчину натрію гідроксиду (концентрація 0,1 моль/дм³), витраченого на титрування, см³; K₁ — коефіцієнт поправки робочого розчину натрію гідроксиду, який визначають за ГОСТ 26794.1—83; K₂ — коефіцієнт розведення (для темного пива — 4, для світлого — 1).

Визначення кислотності потенціометричним методом.

Після звільнення від вуглекислого газу 20 см³ пива за допомогою піпетки вливають у хімічну склянку місткістю 50 або 100 см³. Склянку встановлюють на магнітну мішалку. У пиво занурюють вимірювальний і допоміжний електроди рН-метра (іономера). Пиво титрують з бюретки, установлені на штативі магнітної мішалки, розчином натрію гідроксиду (концентрація — 0,1 моль/дм³) за умови постійного змішування до величини рН 8,3—8,5.

Кислотність пива (X, см³), розраховують за формулою:

$$X = 0,5 \cdot Y \cdot K_1$$

де 0,5 — розрахунковий коефіцієнт; Y — об'єм розчину натрію гідроксиду, витраченого на титрування, см³; K₁ — коефіцієнт поправки робочого розчину натрію гідроксиду.

Визначення вмісту етилового спирту в алкогольних напоях.

Перед проведенням аналізу з шампанських та ігристих вин видаляють вуглекислий газ шляхом продування повітря протягом 3—5 хв водоструминним насосом чи насосом Комовського, або шляхом утворення вакууму протягом 1—2 хв до зникнення піни і появи великих пухирів на поверхні вина.

Вино або виноматеріал наливають до позначки в мірну колбу місткістю 200 або 250 см³ за температури 20 °С. Потім вино переносять з мірної колби до перегонної. Мірну колбу прополіскують 2—3 рази дистильованою водою (по 10—15 см³) і промивну воду зливають в перегонну колбу. У перегонній колбі до вина додають краплями розчин натрію або калію гідроксиду (концентрація 1 моль/дм³) до одержання нейтральної реакції, яку встановлюють за допомогою індикаторного паперу. Приймальною колбою є мірна колба, якою відміряють вино. У неї наливають 10—15 см³ дистильованої води і занурюють туди вузький кінець скляної

трубки холодильника для одержання водяного затвора. Потім колбу ставлять у холодну воду (температура не вище ніж 5°C) і починають перегонку. Під час перегонки дистилят періодично перемішують шляхом обертання колби. Коли приймальна колба наповниться наполовину, її опускають так, щоб кінець трубки холодильника не занурювався у дистилят. Кінець трубки холодильника ополіскують дистильованою водою (5 см^3) і продовжують перегонку без водяного затвора.

Коли приймальна колба наповниться на $4/5$ об'єму, перегонку зупиняють. Колбу після енергійного перемішування вмісту щільно закривають корком і залишають на 30 хв у термостаті або на водяній бані за температури, за якої відміряли вино. Потім вміст колби доводять до позначки дистильованою водою за тієї температури, за якої витримували дистилят, і енергійно перемішують. Вміст етилового спирту в дистиляті визначають за ГОСТ 3639—79.

Визначення вмісту сахарину в безалкогольних напоях.

У ділильну лійку наливають напій і додають 1—2 краплі 20 % сульфатної кислоти та етиловий ефір, струшують. Сахарин переходить до ефіру. Переливають ефірну фазу у фарфорову чашку, випарюють. Пробують на язык. Солодкий смак свідчить про наявність сахарину.

Визначення наявності амаранту в безалкогольних напоях.

У пробірку вливають безалкогольний напій ($1/3$), додають 5 % водний розчин KHSO_4 ($1/3$) і туди занурюють шматок білої вовняної нитки. Ставлять на водяну баню, кип'ятять 30 хв. Барвник забарвлює вовну. Прополіскують нитку, висушують і додають концентровану H_2SO_4 (густина — 1,84). Поява оливкового або лілового забарвлення свідчить про наявність амаранту.

Визначення наявності рослинних і штучних барвників у безалкогольних напоях (реакція Хагера).

У пробірку вливають 5 мл напою та 1 мл 25—30 % NaOH . Поява зеленкувато-оливкового кольору свідчить про наявність барвників рослинного походження, інший колір — про наявність штучних барвників.

Визначення вмісту вільної сульфітної кислоти у винах та коньячних спиртах

(ГОСТ 14351—73). У конічну колбу місткістю 250 см^3 вносять піпеткою 50 см^3 проби, додають 3 см^3 концентрованого розчину H_2SO_4 , 1 см^3 розчину трилона Б у концентрації 30 г/дм^3 та крохмалю і титрують розчином йоду (концентрація $0,02\text{ моль/дм}^3$) до появи синьо-фіолетового забарвлення.

Розрахунок виконують за формулою:

$$X = 0,64 \cdot V_1 \cdot 20 = 12,8 \cdot V_1$$

де X — вміст H_2SO_3 , см^3 ; 0,64 — кількість H_2SO_3 , яка відповідає 1 см^3 розчину йоду у концентрації $0,02\text{ моль/дм}^3$, мг; V_1 — об'єм розчину йоду, необхідний для титрування вільної H_2SO_3 , см^3 .

Визначення вмісту альдегідів у спирті за методом Малера.

Метод ґрунтується на здатності альдегідів відщеплювати від незабарвленої фуксинсульфатної кислоти (реактиву Малера) фуксин, який забарвлює розчин у малиновий колір.

До 10 мл спирту, розведеного дистильованою водою до міцності 50 % об. і охолодженого до температури 20°C , додають 2 мл реактиву Малера, перемішують, закривають корком і ставлять на водяну баню за температури $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ на 20 хв. Інтенсивність забарвлення розчину порівнюють на фоні аркуша паперу з контролем (10 мл типового розчину, вміст альдегіду в якому відповідає найменуванню досліджуваного спирту + 2 мл реактиву Малера).

Фотометричний метод визначення вмісту аспартаму (ГОСТ Р 50502—93). Даний метод ґрунтується на визначенні оптичної густини розчину в результаті взаємодії аспартаму з нінгідринном при $\text{pH}=8,0$ за наявності фруктози.

Із досліджуваного зразка напою видаляють вуглекислий газ за температури не вище за 20°C і

фільтрують через фільтр з розміром пор не більш як 0,5 мкм.

До мірної колби місткістю 100 см³ вносять 20 мл відфільтрованої проби і доводять дистильованою водою до позначки.

У пробірки місткістю 10 мл переносять по 6 мл кожного розчиненого зразка і до них додають по 3 мл нінгідринового реактиву. Пробірки витримують 16 хв на киплячій водяній бані, потім протягом 20 хв охолоджують до температури 20 °С. Після цього з кожної пробірки в окрему пробірку переносять по 3 мл розчину та додають по 5 мл 60 % розчину етилового спирту.

Оптичну густину розчинів досліджуваних зразків; визначають шляхом порівняння з нулевою пробою на фотоелектроколориметрі за довжини хвилі 582 нм (фільтр № 6).

Вміст аспартаму визначають за оптичною густиною зразків, які змінюються за градуйованим графіком.

Концентрацію аспартаму в напої визначають за формулою:

$$C = C_p \cdot K,$$

де C — концентрація аспартаму в напої, мг/100 мл; C_p — концентрація аспартаму в розчинених зразках, мг/100 мл; K — ступінь розчинення, що дорівнює 5.

Підрахунок проводять до другого знаку. За результат беруть середнє арифметичне двох паралельних визначень і виражають цілим числом з одним десятичним знаком.

Реактиви:

1. Натрій фосфорнокислий двозаміщений.
2. Калій фосфорнокислий однозаміщений.
- 3.
- Нінгідрин.
4. Фруктоза.
5. Спирт етиловий ректифікований.
6. Аспартам.

Приготування буферного розчину. Наважку натрію фосфорнокислого двозаміщеного ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) масою 28,870 г переносять у мірну колбу місткістю 1000 мл, розчиняють у дистильованій воді, доводять до позначки і перемішують. Наважку KH_2PO_4 (4,535 г) переносять у колбу місткістю > 500 мл, розчиняють у дистильованій воді, доводять до позначки і перемішують. У конічній колбі змішують 484,5 мл розчину $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ та 15,5 мл розчину KH_2PO_4 . За необхідності доводять рН буферної суміші даними розчинами до $(8,0 \pm 0,1)$.

Приготування нінгідринового розчину. Розчиняють у 500 мл буферного розчину 1,5 г фруктози, після чого розчиняють у ньому 2,5 г нінгідрину.

Приготування базового розчину аспартаму. 20 г аспартаму розчиняють під час перемішування і нагрівання до температури 40 °С у 50—70 мл дистильованої води. Розчин кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 мл і доводять дистильованою водою до позначки.

Нінгідриновий розчин треба зберігати в коричневому скляному посуді у холодильнику. Його можна використовувати протягом 2 тиж після приготування.

Приготування робочих розчинів аспартаму для побудови градуйованого графіка

Розчини	Пробірки								
	1	0	3	4	5	6	7	8	9
Об'єм базового розчину аспартаму	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0	5,5	—
Об'єм дистильованої води, мл	8,0	7,5	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0	4,5	10,0
Концентрація аспартаму в робочих розчинах, [мг/мл]	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10,0	11,0	

Градуйований графік будують для кожного нінгідринового розчину наново.

Побудова градуйованого графіка. Для цього в пробірки вносять по 6 мл кожного робочого розчину і до них додають 3 мл нінгідринового розчину. Пробірки витримують 16 хв на киплячій

бані, потім протягом 20 хв охолоджують до температури 20 °С, після чого з кожної пробірки переносять по 3 мл розчину та додають по 5 мл 60 % етилового спирту.

Оптичну густину розчинів визначають на фотоелектроколориметрі за довжини хвилі 582 нм (фільтр № 6). Контрольним розчином є розчин пробірки № 9 (нульовий розчин) та 60 % етилового спирту, змішаних в такій самій кількості, що й інші проби.

Основна :

1. Смоляр В.І. Харчова експертиза. – К.: Здоров'я, 2005. – 463 с.

2. *Санитарно-гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды* / Под ред. Г.С. Яцулы. — К.: Здоров'я, 1991. — С. 79—88.

3. *Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов.* — М., 1989.

Додаткова:

4. Смоляр В.І. Фізіологія та гігієна харчування. – К.: Здоров'я, 2000. – 320с