

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«КАЛИНИНГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

А. В. Чернова

**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ В ПРОФЕССИОНАЛЬНОЙ
ДЕЯТЕЛЬНОСТИ**

Учебно-методическое пособие по выполнению лабораторных работ
для студентов, обучающихся в бакалавриате по направлению подготовки
19.03.03 Продукты питания животного происхождения

Калининград
Издательство ФГБОУ ВО «КГТУ»
2022

УДК 637.07, 658.56, 641.1/.3

Чернова, А. В.

Методы исследований в профессиональной деятельности: учебно-методическое пособие по выполнению лабораторных работ / А. В. Чернова. – Калининград: Издательство ФГБОУ ВО «КГТУ», 2022. – 79 с.

Цель лабораторных занятий – формирование знаний, умений и навыков проведения научно-исследовательских работ в области технологии продуктов питания; навыков анализа химического состава и свойств пищевого сырья и продуктов питания с целью получения качественной и безопасной пищевой продукции.

Учебно-методическое пособие предназначено для студентов вузов, обучающихся в бакалавриате по направлению подготовки «Продукты питания животного происхождения».

Рис. 35, табл. 12

Учебно-методическое пособие рассмотрено и рекомендовано к опубликованию кафедрой технологии продуктов питания 21 февраля 2022 г., протокол № 07

Учебно-методическое пособие по выполнению лабораторных работ рекомендовано к изданию в качестве локального электронного методического материала комиссией института агроинженерии и пищевых систем ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет» в качестве учебно-методического пособия 01 марта 2022 г., протокол № 02

УДК 637.07, 658.56, 641.1/.3

© Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Калининградский государственный технический университет», 2022 г.
© Чернова А. В., 2022 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

<i>Введение</i>	4
<i>Правила техники безопасности при работе в лаборатории</i>	5
<i>Лабораторная работа № 1</i> Способы расчета концентраций и приготовление растворов.....	6
<i>Лабораторная работа № 2</i> Правила отбора и приемы подготовки проб к анализу.....	11
<i>Лабораторная работа № 3</i> Органолептические методы анализа.....	20
<i>Лабораторная работа № 4</i> Методы определения массовой доли влаги.....	29
<i>Лабораторная работа № 5</i> Методы определения массовой доли липидов.....	36
<i>Лабораторная работа № 6</i> Титриметрические методы анализа. Определение азотистых веществ.....	42
<i>Лабораторная работа № 7</i> Спектральные методы анализа.....	48
<i>Приложения</i>	55
<i>Приложение А</i> Задачи на способы выражения концентрации растворов.....	55
<i>Приложение Б</i> Коэффициент доверия (коэффициент Стьюдента).....	58
<i>Приложение В</i> Отбор промахов по критерию Шовене.....	58
<i>Приложение Г</i> Акт отбора проб (образец).....	59
<i>Приложение Д</i> Коэффициенты значимости.....	61
<i>Приложение Е</i> Калибровочная кривая для определения количества белка по биуретовой реакции.....	62
<i>Приложение Ж</i> Классификация реактивов.....	63
<i>Приложение З</i> Правила обращения с реактивами.....	64
<i>Приложение И</i> Классификация лабораторной посуды.....	65

Введение

Лабораторные работы по дисциплине «Методы исследований в профессиональной деятельности» предназначены для формирования умений и навыков проведения научно-исследовательских работ в области технологии продуктов питания; навыков анализа химического состава и свойств пищевого сырья и продуктов питания с целью получения качественной и безопасной пищевой продукции. В результате освоения лабораторного практикума студент овладевает методами технохимического и лабораторного контроля качества и безопасности сырья, полуфабрикатов и готовых продуктов питания животного происхождения.

При изучении дисциплины реализуется компетенция ПКС-3: Обладает фундаментальными знаниями в различных областях техники и технологий, необходимыми для осуществления профессиональной деятельности.

Результаты обучения (владения, умения и знания), соотнесенные с компетенциями/индикаторами достижения компетенции:

Знать:

- виды научных исследований;
- формы научного знания;
- нормы научной этики;
- особенности индивидуальной и коллективной научной деятельности;
- средства и методы научного исследования;
- фазы, стадии, этапы научного исследования;
- критерии достоверности научного исследования;
- классификацию методов анализа.

Уметь:

- измерять, наблюдать и составлять описания проводимых исследований свойств сырья и продуктов общественного питания;
- обрабатывать и обобщать данные эксперимента для отчетов.

Владеть:

- навыками организации проведения научного эксперимента;
- стандартными методиками определения органолептических, химических и физико-химических показателей качества сырья и продуктов питания.

Для оценки результатов освоения навыков используются задания и контрольные вопросы по лабораторным работам. Оценка результатов выполнения задания по каждой лабораторной работе производится при представлении студентом отчета, составленного по результатам самостоятельно выполненной им лабораторной работы, на основании ответов студента на вопросы по тематике лабораторной работы. Студент, самостоятельно выполнивший лабораторную работу и продемонстрировавший знание использованных им методов лабораторных исследований, получает по лабораторной работе оценку «зачтено». Студент получает оценку «не зачтено», если он не выполнил лабораторную ра-

боту, не провел все предполагаемые темой занятия исследования, отчет по лабораторной работе не составил.

При необходимости для обучающихся инвалидов или обучающихся с ограниченными возможностями здоровья (ОВЗ) предоставляется дополнительное время для подготовки ответа с учетом его индивидуальных психофизических особенностей.

Правила техники безопасности при работе в лаборатории

1. Перед началом занятий необходимо надеть белый халат и убрать волосы.
2. На рабочем месте не следует держать никаких посторонних предметов. Сумки и пакеты укладывают в специально отведенное для них место.
3. Приступать к работе можно после усвоения всей техники ее выполнения. Если вы испытываете какие-либо сомнения в методике проведения эксперимента или в технике безопасности, прежде чем продолжить работу, проконсультируйтесь с преподавателем.
4. Нельзя проводить опыты в загрязненной посуде. Посуду следует мыть сразу после окончания эксперимента.
5. Категорически запрещается пробовать химические вещества на вкус. Нюхать вещества следует осторожно, не поднося сосуд близко к лицу, а лишь направляя к себе пары или газы легким движением руки, при этом не следует делать полный вдох. Жидкие органические вещества и их растворы запрещается набирать в пипетки ртом, для этого необходимо использовать резиновые груши и другие приспособления.
6. Все банки, в которых хранятся вещества, должны быть снабжены этикетками с соответствующими названиями.
7. В процессе работы необходимо следить, чтобы вещества не попадали на кожу, так как многие из них вызывают раздражение и ожоги кожи и слизистых оболочек.
8. Запрещается нагревать, смешивать и взбалтывать реактивы вблизи лица. С летучими веществами работать под тягой.
9. При попадании на руки или лицо кислоты пораженные места сразу же промыть чистой водой, залить слабым раствором соды и снова чистой водой. Если кислота попала на одежду, ее нейтрализуют содой, а затем смывают водой.
10. По окончании работы привести в порядок рабочее место (вымыть посуду, поставить на рабочее место реактивы, приборы).

Лабораторная работа № 1

Способы расчета концентраций и приготовление растворов

Цель лабораторной работы: получить навыки и умения выражения концентрации растворов различными способами, приготовления растворов заданной концентрации и определения их плотности.

Задание:

1. Решить задачи по определению концентрации растворов согласно варианту из приложения А.
2. Провести расчет поваренной соли и воды для приготовления раствора заданной концентрации (согласно индивидуальному варианту, таблица 1.1).
3. Рассчитать нормальность, молярность, моляльность раствора.
4. Приготовить раствор заданной концентрации и измерить его плотность.

Таблица 1.1 – Варианты концентраций для приготовления раствора

№ п/п	Концентрация раствора, %	Масса раствора, г
1	2,0	240
2	3,5	280
3	4,5	290
4	5,0	320
5	6,0	370
6	7,5	350
7	8,0	310
8	9,5	380
9	10,0	320
10	11,0	340

Выполнение задания рекомендуется разбить на следующие этапы:

- изучить способы выражения концентрации растворов: массовая доля, молярная, моляльная, нормальная концентрации, молярная масса эквивалента, титр;
- решить задачи по определению концентрации растворов согласно варианту, выданному преподавателем (приложение А);
- провести расчет соли и воды для приготовления раствора заданной концентрации (по заданию преподавателя – таблица 1.1) и рассчитать нормальность, молярность, моляльность раствора;
- приготовить раствор заданной нормальной концентрации и определить его плотность с помощью ареометра в различных условиях при двух температурах (20 и 60 °С);
- сделать вывод о влиянии температуры на плотность растворов.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Изучая данную тему, необходимо представлять различия между способами выражения концентрации растворов и уметь пользоваться этими способами в расчетах (см. теоретический материал).

При пересчете процентной концентрации в молярную, и наоборот, необходимо помнить, что процентная концентрация рассчитывается на определенную массу раствора, а молярная и нормальная – на объем, поэтому для пересчета необходимо знать плотность раствора.

Следует обратить особое внимание на то, что, несмотря на сходство названий, молярная концентрация и моляльность – величины различные. Прежде всего, в отличие от молярной концентрации, при выражении концентрации в моляльности расчёт ведут на массу *растворителя*, а не на *объём раствора*. Моляльность, в отличие от молярной концентрации, не зависит от температуры.

Пример 1. Вычислить молярность, нормальность и моляльность одного литра 6%-ного раствора H_3PO_4 плотностью 1,031 г/мл.

Решение. Один литр 6%-ного раствора имеет массу 1031 г. Масса H_3PO_4 в одном литре 6%-ного раствора составляет:

$$m = \frac{1031 \cdot 6}{100} = 61,86 \text{ г.}$$

Молярность раствора находим делением числа граммов H_3PO_4 в 1 л на молярную массу:

$$C_M = \frac{61,86}{98} = 0,63 \text{ г/моль.}$$

Делением числа граммов H_3PO_4 в 1 л на эквивалент данной кислоты определяем нормальность раствора:

$$C_N = \frac{61,86}{49} = 1,26 \text{ г/моль (н) – если } \text{H}_3\text{PO}_4 \text{ двухосновная;}$$

$$C_N = \frac{61,86}{32,7} = 1,89 \text{ г/моль (н) – если } \text{H}_3\text{PO}_4 \text{ трехосновная.}$$

Находим моляльность раствора. Исходя из условия задачи, 6 г H_3PO_4 содержится в $(100 - 6 = 94)$ г растворителя, тогда в 1000 г растворителя содержится:

$$m \text{ H}_3\text{PO}_4 = \frac{6 \cdot 1000}{94} = 63,83 \text{ г.}$$

Моляльность равна:

$$m = \frac{63,83}{98} = 0,65 \text{ моль /кг.}$$

Пример 2. К 1 л раствора КОН с массовой долей 10 % плотностью 1,092 г /мл прибавили 0,5 л раствора КОН с массовой долей 5 % и плотностью 1,045 г /мл. Объем смеси довели до 2 л. Вычислите молярную концентрацию полученного нового раствора щелочи.

Решение. Массу 1 л 10%-ного раствора КОН находим, зная плотность данного раствора:

$$1092 \cdot 1 = 1092 \text{ г.}$$

В этом растворе содержание КОН составит:

$$1092 \cdot 0,1 = 109,2 \text{ г.}$$

Массу 0,5 л 5%-ного раствора также находим исходя из плотности:

$$1,045 \cdot 0,500 = 522,500 \text{ г.}$$

В этом растворе содержится КОН:

$$522,50 \cdot 0,05 = 26,125 \text{ г.}$$

В общем объеме полученного раствора (2 л) масса КОН составляет

$$109,200 + 26,125 = 135,325 \text{ г.}$$

Отсюда молярная концентрация 2 л раствора:

$$C_m = \frac{135,325}{2 \cdot 56,1} = 1,2 \text{ М,}$$

где 56,1 г/моль – молярная масса КОН.

Пример 3. Сколько граммов надо взять 10%-ного раствора и 42%-ного раствора гидроксида натрия, чтобы получить 200 г 25%-ного раствора гидроксида натрия?

Решение. Исходя из формулы процентной концентрации, составляем уравнение:

$$m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 = m_3 \cdot w_3.$$

Проводим преобразования:

$$\begin{aligned} m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 &= (m_1 + m_2) \cdot w_3; \\ m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 &= m_1 \cdot w_3 + m_2 \cdot w_3; \\ m_1 \cdot (w_1 - w_3) &= m_2 \cdot (w_3 - w_2); \\ \frac{m_1}{m_2} &= \frac{w_3 - w_2}{w_1 - w_3} = \frac{25 - 42}{10 - 25} = 1,13. \end{aligned}$$

Составляем систему уравнений:

$$\begin{cases} m_1 = 1,13 \cdot m_2 \\ m_1 + m_2 = 200 \end{cases}$$

Тогда $m_2 = 94 \text{ г}$, $m_1 = 106 \text{ г}$.

Пример 4. Упарили 60 г 5%-ного раствора сульфата меди до 50 г. Определите массовую долю соли в полученном растворе.

Решение. Исходя из определения массовой доли, получим выражения для w_1 и w_2 ($w_2 > w_1$):

$$w_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \%,$$

где m_1 – масса растворенного вещества в исходном растворе;

$$m_1 = \frac{w_1 \cdot m}{100}.$$

В результате упаривания исходного раствора его масса уменьшилась на D_m грамм, тогда:

$$w_2 = \frac{m_1}{m - D_m} \cdot 100 \% = \frac{w_1 \cdot m}{100 \cdot (m - D_m)} \cdot 100 \%;$$

$$m = 60 \text{ г;}$$

$$D_m = 60 - 50 = 10 \text{ г;}$$

$$w_1 = 5 \%.$$

$$w_2 = \frac{5 \cdot 60}{60 - 10} = 6 \%.$$

Пример 5. В 200 г воды растворили 67,2 л хлороводорода HCL (н. у.). Определить массовую долю хлороводорода в полученном растворе.

Решение. Определим молярный объём V_m – объём одного моля вещества делением молярной массы M вещества на его плотность ρ :

$$V_m = \frac{M}{\rho} = 22,4 \text{ л/моль.}$$

Определим количество вещества HCL:

$$U = \frac{V}{V_m} = \frac{67,2}{22,4} = 3 \text{ моль.}$$

Определим массу HCL:

$$m(\text{HCL}) = M(\text{HCL}) \cdot U(\text{HCL}) = 36,5 \text{ г/моль} \cdot 3 \text{ моль} = 109,5 \text{ г.}$$

Определим массу раствора:

$$\begin{aligned} m(\text{р-ра}) &= m(\text{HCL}) + m(\text{H}_2\text{O}); \\ m(\text{р-ра}) &= 109,5 + 200 = 309,5 \text{ г.} \end{aligned}$$

Определим массовую долю HCL в растворе:

$$w(\text{HCL}) = \frac{109,5}{309,5} = 0,3538 \text{ или } 35,38 \text{ \%}.$$

Теоретический материал

Растворы – однородная многокомпонентная система, состоящая из растворителя, растворённых веществ и продуктов их взаимодействия.

По агрегатному состоянию растворы могут быть жидкими (морская вода), газообразными (воздух) или твёрдыми (сплавы металлов).

В зависимости от размеров частиц растворы делятся на истинные и коллоидные. Истинные растворы – термодинамически устойчивые системы, неограниченно стабильные во времени. В истинных растворах (часто называемых просто растворами) растворенное вещество диспергировано до атомного или молекулярного уровня, частицы растворенного вещества не видимы ни визуально, ни под микроскопом, свободно передвигаются в среде растворителя.

Если молекулярные или ионные частицы, распределённые в жидком растворе, присутствуют в нём в таком количестве, что при данных условиях не происходит дальнейшего растворения вещества, раствор называется *насыщенным*.

Концентрацией раствора называется количество растворенного вещества, содержащегося в определенном массовом или объемном количестве раствора или растворителя.

Массовая доля (процентная концентрация) – отношение массы растворённого вещества к массе раствора. Массовая доля измеряется в долях единицы или в процентах (формула (1.1)):

$$\omega = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \text{ \%}, \quad (1.1)$$

где m_1 – масса растворённого вещества, г; m – общая масса раствора, г.

Мольная доля – отношение количества молей данного компонента j к общему количеству молей всех компонентов. Мольную долю выражают в долях единицы (формула (1.2)):

$$X_j = \frac{v_j}{\sum_{i=1}^n v_i}, \quad (1.2)$$

где v_i – количество молей i -го компонента, моль; n – число компонентов.

Количество молей вещества v находят из отношения массы m этого вещества (г) к его молярной массе M (г/моль).

Молярная концентрация – количество растворённого вещества (число молей) в единице объёма раствора. Молярная концентрация в системе СИ измеряется в моль/м³, однако на практике её гораздо чаще выражают в моль/л или сокращением «М» (формула (1.3)):

$$C_M = \frac{v}{V}, \quad (1.3)$$

где v – количество растворённого вещества, моль; V – общий объём раствора, л.

Моляльность – количество растворённого вещества (число молей) в 1000 г растворителя (формула (1.4)). Измеряется в молях на кг, также распространено выражение в «моляльности». Так, раствор с концентрацией 0,5 моль/кг называют 0,5-мольным.

$$m = \frac{v}{m_2}, \quad (1.4)$$

где v – количество растворённого вещества, моль; m_2 – масса растворителя, кг.

Титр раствора – масса растворённого вещества в 1 мл раствора (формула (1.5)).

$$T = \frac{m_1}{V}, \quad (1.5)$$

где m_1 – масса растворённого вещества, г; V – общий объём раствора, мл.

Нормальная концентрация – количество эквивалентов данного вещества в 1 л раствора. Нормальную концентрацию выражают в моль-экв/л или г-экв/л (формула (1.6)). Для записи концентрации таких растворов используют сокращения «н» или «N». Например, раствор, содержащий 0,1 моль-экв/л, называют децинормальным и записывают как 0,1 н.

$$C_H = C_N = z \cdot C_M, \quad (1.6)$$

где C_M – молярная концентрация моль/л; z – число эквивалентности.

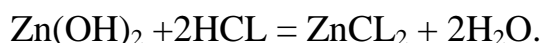
Эквивалент вещества – это такое количество химического вещества, которое реагирует с 1 г водорода или вытесняет такое же количество водорода из его соединений.

Отношение эквивалентной молярной массы вещества к его собственной молярной массе называется *фактором эквивалентности* (обозначается обычно как f_{eq}).

Фактор эквивалентности f_{eq} связан с числом эквивалентности следующим соотношением (1.7):

$$f_{\text{eq}} = \frac{1}{z}. \quad (1.7)$$

Данные величины определяются или экспериментально, или чаще всего исходя из химической формулы вещества и его принадлежности к тому или иному классу химических соединений. Эквивалент одного и того же вещества изменяется в зависимости от типа реакции, в которую это вещество вступает, например:



В данной реакции число $1/2$ – фактор эквивалентности, число эквивалентности z равно 2.

Можно отметить, что в большинстве случаев кислотность основания равна числу гидроксильных групп в формуле основания, а основность кислоты равна числу атомов водорода в формуле кислоты.

Молярный объём V_m – объём одного моля вещества:

$$V_m = \frac{V}{\nu} = \frac{M}{\rho}, \quad (1.8)$$

где M – молярная масса вещества, г/моль; ρ – плотность, г/л.

Молярный объём 1 моля газа при нормальных условиях всегда одинаков и равен $22,41 \text{ дм}^3/\text{моль}$. Этот объём называется молярным объёмом идеального газа.

Вопросы для самопроверки

1. Перечислить способы выражения концентрации растворов.
2. Дать определение понятиям «раствор», «насыщенный раствор».
3. Что такое массовая доля, молярная, моляльная, нормальная концентрации, эквивалент, титр вещества?
4. Каким прибором измеряется плотность растворов?
5. Как зависит плотность растворов от температуры?

Лабораторная работа № 2

Правила отбора проб и приемы подготовки проб к анализу

Цель лабораторной работы: получить навыки и умения отбора проб различных видов пищевой продукции, составления акта отбора проб, подготовки пробы к анализу, расчета погрешности и определения выбросов при обработке результатов анализа.

Задание:

1. Решить задачу на определение погрешности измерений и выбросов по варианту, выданному преподавателем (таблица 2.1).

Задача. Пусть при измерениях проведено 10 отсчетов массы продукта. Результаты измерения представлены в таблице 2.1. Определить грубые промахи (выбросы) и погрешность измерений.

Таблица 2.1 – Результаты измерения массы, г

Вариант	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	105	100	105	65	90	110	110	115	135	120
2	120	125	112	143	134	129	127	131	129	128
3	324	327	320	325	330	319	322	326	326	329
4	542	541	536	539	550	527	538	544	542	540
5	126	128	123	128	124	120	117	135	127	125
6	103	98	95	97	99	93	95	105	101	100
7	623	627	629	617	620	619	622	629	628	626
8	283	298	285	282	284	285	289	280	278	285
9	445	447	440	437	442	445	444	446	442	440
10	160	146	163	162	161	159	149	170	165	162

2. Составить акт отбора пробы по приложению Г, сделать этикетку для пробы выданного продукта.

3. Описать последовательность отбора пробы данного продукта из партии.

4. Провести подготовку пробы к анализу по определению водорастворимых компонентов сырья.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Пример решения задачи на определение погрешности измерений и выбросов. Пусть при измерениях проведено 10 отсчетов массы (T) на весах с погрешностью прибора 1 г. Результаты измерения представлены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Результаты измерения массы

n п/п	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$T, г$	105	100	105	65	90	110	110	115	135	120

Зададим доверительную вероятность $\alpha = 98\%$ и для данного количества отсчетов $n = 10$ по приложению Б определим коэффициент доверия (коэффициент Стьюдента): $t = 2,8$.

Вычислим среднее значение массы (формула (2.1)):

$$\langle T \rangle = \frac{\sum_{i=1}^n T_i}{n}; \quad (2.1)$$

$$\langle T \rangle = \frac{105 + 100 + 105 + 65 + 90 + 110 + 110 + 115 + 135 + 120}{10} = 105,5 \text{ г.}$$

Округляем полученное число до целого значения:

$$\langle T \rangle = 106 \text{ г.}$$

Вычисляем среднее квадратичное отклонение отдельных отсчетов по формуле (2.2):

$$\Delta S_T = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_i - \langle T \rangle)^2}{n-1}}; \quad (2.2)$$

$$\Delta S_T = \sqrt{\frac{(-1)^2 + (-6)^2 + (-1)^2 + (-41)^2 + (-16)^2 + 4^2 + 9^2 + 29^2 + 14^2 + 4^2}{9}} = 18,6 \text{ г.}$$

Округляем полученное число до целого согласно точности измерительного прибора:

$$\Delta S_T = 19 \text{ г.}$$

Проверяем отсчеты на наличие промахов. Наибольшее отклонение от среднего значения имеет отсчет под номером 4: $T_4 = 65$ г. Вычисляем нормированное отклонение T_4 от среднего значения:

$$Z = \frac{|T_4 - \langle T \rangle|}{\Delta S_T} = \frac{|65 - 106|}{19} = 2,16.$$

По приложению В определяем количество отсчетов (опытов), при котором рассмотренное значение нельзя считать промахом: $M = 17$. В рассматриваемом опыте 10 отсчетов, поэтому значение $T = 65$ г является промахом и его нужно исключить из обрабатываемого ряда.

Теперь получаем новый набор измерений (таблица 2.3) и проводим их обработку.

Таблица 2.3 – Результаты измерения массы после удаления первого промаха

n п/п	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$T, \text{ г}$	105	100	105	90	110	110	115	135	120

Теперь $n = 9$. Выберем доверительную вероятность $\alpha = 98 \%$ и по приложению Б найдем коэффициент доверия или коэффициент Стьюдента, получаем $t = 2,9$.

Вычисляем новое среднее значение:

$$\langle T \rangle = \frac{105 + 100 + 105 + 90 + 110 + 110 + 115 + 135 + 120}{9} = 110 \text{ г.}$$

Вычисляем среднее квадратичное отклонение от среднего значения:

$$\Delta S_T = \sqrt{\frac{(-5)^2 + (-10)^2 + (-5)^2 + (-20)^2 + 0^2 + 0^2 + (-25)^2 + (-10)^2 + 5^2}{8}} = 12,7 \text{ г.}$$

Округляем это значение до целого числа и получаем $\Delta S_T = 13 \text{ г.}$

Проверим, не является ли промахом результат $T_8 = 135 \text{ г.}$ Для этого найдем значение Z :

$$Z = \frac{|S_8 - \langle S \rangle|}{\Delta S_T} = \frac{|110 - 135|}{13} = 1,9.$$

По приложению В значению $Z = 1,9$ соответствует значение $M = 9$. Это значит, что рассмотренное значение измерения массы также является промахом и его нужно отбросить.

Теперь таблица состоит из результатов восьми измерений (таблица 2.4).

Таблица 2.4 – Результаты измерения массы после удаления второго промаха

n п/п	1	2	3	4	5	6	7	8
$T, \text{ г}$	105	100	105	90	110	110	115	120

Вычисляем новое среднее значение массы:

$$\langle T \rangle = \frac{105 + 100 + 105 + 90 + 110 + 115 + 120 + 110}{8} = 106,9 \text{ г.}$$

Округляем эту величину до целого значения, получаем $\langle T \rangle = 107 \text{ г.}$ Наибольшее отклонение от этого среднего значения имеет результат измерения $T_4 = 90 \text{ г.}$ Проверим, является ли этот результат измерения промахом.

Вычисляем среднее квадратичное отклонение от среднего значения:

$$\Delta S_T = \sqrt{\frac{(-2)^2 + (-7)^2 + (-2)^2 + 17^2 + 3^2 + 3^2 + 2^2 + 13^2}{7}} = 8,6 \text{ г} \approx 9 \text{ г.}$$

Теперь вычислим Z :

$$Z = \frac{|T_4 - \langle T \rangle|}{\Delta S_T} = \frac{|90 - 107|}{9} = 1,9.$$

По приложению В значению Z соответствует значение $M = 9$, а в рассматриваемом случае измерений всего восемь. Это означает, что данный результат измерения также является промахом и его надо отбросить.

Теперь таблица состоит из семи результатов измерений (таблица 2.5).

Таблица 2.5 – Результаты измерения массы после удаления третьего промаха

n п/п	1	2	3	4	5	6	7
$T, \text{ г}$	105	100	105	110	110	115	120

Тогда:

$$\langle T \rangle = \frac{105 + 100 + 105 + 110 + 110 + 115 + 120}{7} = 109,3 \text{ г} \approx 109 \text{ г.}$$

$$\Delta S_T = \sqrt{\frac{(-4)^2 + (-9)^2 + (-4)^2 + 1^2 + 6^2 + 11^2}{6}} = 6,7 \text{ г} \approx 7 \text{ г}.$$

Проверим, не является ли промахом значение $T_7 = 120$ г:

$$Z = \frac{|120 - 109|}{7} = \frac{11}{7} = 1,6.$$

Полученному значению Z соответствует $M = 5$, а в данном случае измерений 7 , поэтому данное значение нельзя считать промахом. Очевидно, что остальные значения проверять не имеет смысла, так как им будет соответствовать еще меньшее значение M , а значит, они не будут промахами.

Таким образом, можно окончательно вычислить $\Delta T_{\langle x \rangle}$:

$$\Delta T_{\langle x \rangle} = \frac{\Delta S_T}{\sqrt{n}} = \frac{6,7}{\sqrt{7}} = 2,5 \text{ г}.$$

Надежности $\alpha = 0,98$ и количеству измерений $n = 7$ соответствует коэффициент Стьюдента $t_\alpha = 3,1$ (приложение Б). Тогда находим $\Delta T_{\text{сл}} = 2,5 \cdot 3,1 = 7,8 \text{ г} \approx 8 \text{ г}$.

Таким образом, результат измерения массы имеет вид:

$$\langle T \rangle = (109 \pm 8) \text{ г}; \alpha = 0,98.$$

Отбор проб пищевых продуктов. Отбор проб является начальным этапом контроля пищевого сырья и продуктов питания. Перед отбором проб необходимо ознакомиться с документом: ГОСТом на методы отбор проб и Методическими указаниями по отбору проб пищевой продукции животного и растительного происхождения.

Изучите основные термины и определения, особенности отбора проб для разных видов продуктов питания, представленные в теоретическом материале. Далее приступите к отбору проб.

В первую очередь необходимо осмотреть транспортную (при наличии) и потребительскую упаковку выданного преподавателем продукта. Установить ее целостность, внешний вид, наличие этикетки, соответствие информации, представленной на этикетке, действительности. Далее необходимо установить однородность продукции, наличие / отсутствие примесей. После этого надо взвесить продукт и по массе определить массу точечной пробы. Руководствуясь документом на соответствующий вид продукции, подготовьте объединенную и среднюю пробы. Далее заполните акт отбора проб согласно образцу, представленному в приложении Г, а также составьте этикетку для контрольной пробы.

Изучите способы подготовки проб к анализу (теоретический материал). Запишите основные этапы приготовления водной вытяжки по методике, представленной ниже. Укажите, какие методы подготовки пробы используются в данной методике. Приготовьте водную вытяжку из отобранной пробы продукта.

Методика приготовления водной вытяжки. Навеску измельченного продукта берут с точностью до $0,01$ г в количестве 20 г, затем переносят в мерную колбу емкостью 250 мл и добавляют 125 – 150 мл дистиллированной воды. Органические кислоты, содержащиеся в навеске, нейтрализуют 15% -ным раство-

ром соды по лакмусу и нагревают содержимое колбы при 50 °С в течение 30 мин. После этого колбу охлаждают до комнатной температуры и прибавляют мерным цилиндром 3–7 мл 30%-ного раствора нейтрального уксуснокислого свинца. Содержимое колбы хорошо перемешивают и оставляют в покое на 5 мин. Появление прозрачного слоя над осадком указывает на полноту осаждения, в противном случае прибавляют дополнительно раствор уксуснокислого свинца.

После этого для удаления избытка раствора уксуснокислого свинца в колбу прибавляют из мерного цилиндра 10–20 мл насыщенного раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия, содержимое колбы взбалтывают и дают осадку отстояться. По окончании отстаивания проверяют полноту осаждения уксуснокислого свинца осторожным приливанием по стенке горлышка колбы нескольких капель раствора фосфорнокислого натрия. Если в месте соприкосновения жидкостей мути нет, то в колбу доливают дистиллированной воды до метки, содержимое колбы тщательно перемешивают и через 1–2 мин фильтруют через сухой складчатый фильтр.

Теоретический материал

Партия – идентифицируемое количество пищевого продукта одного наименования, одной даты изготовления, расфасованного в однородную тару, предназначенного к единовременной сдаче, отгрузке, продаже или хранящегося в одной емкости.

Тара – элемент упаковки для размещения продукции.

Транспортная тара – упаковка для размещения продукции, образующая самостоятельную транспортную единицу (например, контейнер, мешок, коробка).

Потребительская тара – тара, поступающая к потребителю с продукцией и не представляющая собой самостоятельную транспортную единицу (например, бутылка, банка, пакет, стаканчик, брикет).

Выборка – совокупность единиц продукции, отобранной для контроля из партии.

Точечная проба – некоторое минимальное количество вещества (продукции), отобранного из одного места за один прием от данной партии для составления объединенной пробы.

Объединенная проба – совокупность идентичных, отобранных от однородной продукции, точечных проб, предназначенная для составления средней пробы.

Средняя проба – часть объединенной пробы, предназначенная для проведения исследований.

Лабораторная проба – часть средней пробы, предназначенная для формирования тестового образца (образцов), направляемого на исследования (доставленного в лабораторию), определенная нормативными документами, с

целью подтверждения соответствия контролируемого объекта установленным требованиям.

Контрольная проба – часть средней пробы, хранящаяся в лаборатории, проводящей исследования, или у владельца продукции и предназначенная для повторного или арбитражного исследования партии при возникновении споров по результатам проведенных исследований.

Отбор проб пищевых продуктов. Отбор проб является начальным этапом контроля пищевого сырья и продуктов питания, обеспечивающим, при оптимальных затратах времени и средств представительность проб, наиболее полно и достоверно характеризующих качество и безопасность контролируемой партии. Отбор проб для каждого вида сырья и продукта питания регламентируется соответствующим документом, чаще всего ГОСТом на методы отбор проб, а также Методическими указаниями по отбору проб пищевой продукции животного и растительного происхождения, кормов, кормовых добавок с целью лабораторного контроля их качества и безопасности.

Продукты с явно выраженными признаками порчи (резкий, неприятный, гнилостный запах, изменение консистенции, цвета, наличие глубокого или значительного поражения плесенью и т. д.), признанные при осмотре непригодными для питания, могут браковаться на месте, без лабораторного исследования, при обязательном составлении акта с обоснованием причины отбраковки.

Порядок отбора проб пищевых продуктов при экспертизе партии включает в себя выделение однородной партии, определение числа и отбор точечных проб, составление объединенной пробы и формирование из нее средней пробы, которая направляется на лабораторные исследования.

Пробы пищевых продуктов отбирают асептическим способом, исключая микробное загрязнение продукта из окружающей среды. Пробы отбирают в стерильную посуду, горло которой предварительно обжигают в пламени горелки с помощью стерильных инструментов.

Пробы в виде коробок, банок, плиток, пачек и т. д. заворачивают в плотную бумагу и перевязывают шпагатом. Пробы, отобранные от весовых продуктов (в транспортной таре – ящиках, мешках, контейнерах и т. д.), помещают в чистые сухие банки с притертыми стеклянными или хорошо пригнанными резиновыми пробками, или заворачивают в пергамент, подпергамент, целлофан, полимерную пленку, или упаковывают в пластмассовые коробки с крышками. Пробы, требующие особых условий хранения (пониженная температура), помещают в сумку-холодильник или обкладывают сухим льдом. Транспортировка образцов пищевых продуктов должна осуществляться в условиях, обеспечивающих сохранение их качества и безопасность, специально оборудованным для таких целей транспортным средством, имеющим оформленный в установленном порядке санитарный паспорт.

На отобранные пробы, предназначенные для анализа, составляют акт отбора проб (приложение Г).

При отборе проб и подготовке их к анализу серьезное влияние на результат будет иметь погрешность испытаний.

Среднеквадратичное отклонение определяется по формуле (2.3):

$$S_{\langle X \rangle} = \frac{S_X}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \langle X \rangle)^2}{n(n-1)}}, \quad (2.3)$$

где n – количество измерений (должно быть ≤ 30).

Случайная погрешность многократных измерений определяется по формуле (2.4):

$$\Delta X = t_\alpha S_{\langle X \rangle}, \quad (2.4)$$

где t_α – коэффициент Стьюдента для надежности $\alpha = 95\%$ (приложение Б). Результат измерений записывается в виде (формула (2.5)):

$$x = \langle x \rangle \pm \Delta x, \quad (2.5)$$

где $\langle x \rangle$ – среднее значение измеряемой величины.

Для проверки выбросов (грубых ошибок) используется критерий Шовене, который определяется по формуле (2.6):

$$Z = \frac{|X_k - \langle X \rangle|}{S_X}. \quad (2.6)$$

По приложению В, зная Z , находят M . Если $M \geq n$, то результат является промахом и отбрасывается.

Подготовка проб к анализу предусматривает выполнение ряда работ, обеспечивающих благоприятные условия для определения химического состава, физического состояния, количественного состава веществ и их соединений. Она может включать: подсушивание или высушивание, измельчение, извлечение растворимых компонентов, разделение различных веществ на компоненты. Важным требованием, предъявляемым к работам по подготовке проб к анализу, является недопустимость каких-либо изменений веществ, которые подлежат анализу.

Методы подготовки проб к анализу можно условно разделить на следующие методы.

Разделение – это операция (процесс), в результате которой компоненты, составляющие исходную смесь, отделяются один от другого. Примером разделения является перегонка, фильтрование, удаление мешающих примесей. Разделение перегонкой основано на различной летучести компонентов смеси при одной и той же температуре. Если исходная смесь состоит из нелетучего и летучего веществ, то ее можно разделить путем выпаривания летучего компонента.

Концентрирование – операция (процесс), в результате которой повышается отношение количества микрокомпонентов к количеству макрокомпонентов. Концентрирование чаще всего осуществляют сублимацией, упариванием проб или экстрагированием из них анализируемого вещества.

Экстрагирование применяют для извлечения некоторых компонентов материалов. Например, для извлечения липидов из жиросодержащих объектов мо-

гут быть использованы различные органические растворители, а для извлечения водорастворимых веществ – вода.

Концентрирование также можно осуществить и перегонкой. Перегонка представляет собой процесс, включающий частичное испарение разделяемой смеси жидкостей и последующую конденсацию образующихся паров. В результате конденсации получают жидкость, состав которой отличается от состава исходной смеси.

Гомогенизация – достижение однородности пробы. Гомогенизация пробы обеспечивает представительность анализа и воспроизводимость результатов, во многом технически облегчает количественный анализ. Гомогенизацию образцов, как правило, осуществляют путем размола, дробления, диспергирования, измельчения, смешения.

При выборе способа измельчения необходимо обеспечить тонкое измельчение при наименьшем изменении содержащихся в измельчаемом материале веществ, подлежащих анализу. Одним из факторов, влияющих на изменение анализируемых веществ в измельчаемом материале, является побочное выделение теплоты в процессе образования новых поверхностей, которое может приводить к недопустимому повышению температуры отдельных частиц материала. В отдельных случаях в процессе измельчения исследуемого материала нежелательно или даже недопустимо отделение жидкой фазы.

В зависимости от условий приложения усилий к материалу, подлежащему измельчению, различают следующие способы измельчения: раздавливание, удар, истирание и раскалывание (рисунок 2.1).

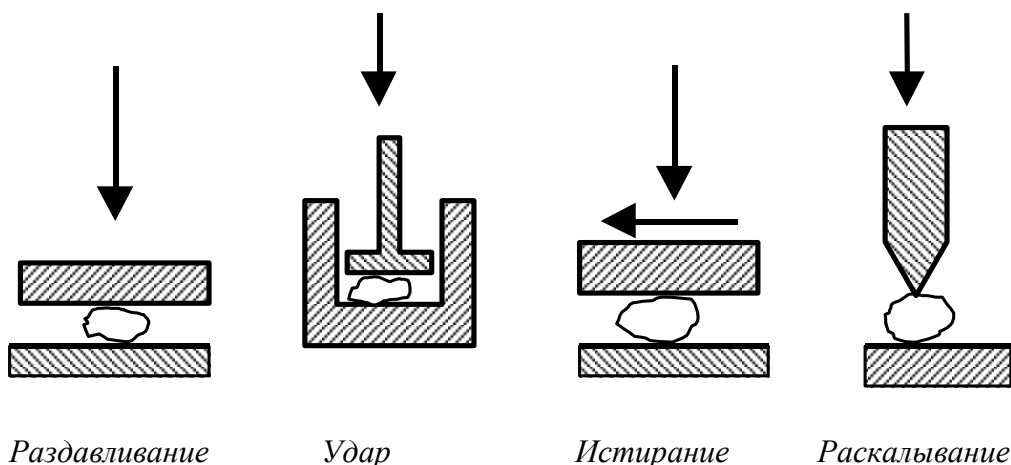


Рисунок 2.1. Схемы приложения усилий к частицам материала при его измельчении

Измельчение путем раздавливания и удара применимо в основном к твердым материалам; путем раздавливания и истирания – к вязким, а раскалывания – к хрупким.

В большинстве случаев процессы измельчения осуществляются в аппаратах или машинах, в которых сочетаются одновременно два или более способа, например истирание и удар, раздавливание и истирание и т. д.

В практике для измельчения объектов исследования используют ряд специальных аппаратов, приспособлений и машин, работающих на сочетании различных способов приложения усилий. По принципам действия эти устройства могут быть разбиты на следующие группы: ступки, терочные машины, дисковые мельницы, мясорубки, блендеры.

Выбор способа подготовки пробы зависит главным образом от решаемой задачи, природы объекта и метода последующего определения.

Вопросы для самопроверки

1. Какая информация указывается в акте отбора проб для лабораторных испытаний? На этикетке пробы?
2. Какова последовательность действий при отборе проб мясных продуктов? Рыбных продуктов? Молочных продуктов? Яиц?
3. Что такое партия? Точечная проба? Объединенная проба?
4. Перечислите требования к оборудованию и таре, используемым для отбора проб.
5. Как отобрать и подготовить пробу продукта к лабораторным исследованиям?
6. Перечислите методы подготовки проб к анализу.
7. Что такое гомогенизация?
8. Какими способами осуществляется концентрирование?
9. Как осуществляется измельчение?
10. Что такое доверительный интервал?
11. Что такое выброс?
12. Как определяется погрешность измерений?

Лабораторная работа № 3 Органолептические методы анализа

Цель лабораторной работы: получить навыки и умения организации, проведения и обработки результатов дегустаций пищевых продуктов.

Задание:

1. Провести органолептическую оценку продуктов питания по заданию преподавателя.
2. Рассчитать количество баллов общей органолептической оценки с учетом коэффициентов значимости.
3. Составить профилограмму органолептических показателей исследуемых продуктов питания.

Выполнение задания рекомендуется разбить на следующие этапы:

- изучить теоретический материал: характеристику органолептических методов, требования, предъявляемые к лаборатории для органолептического анализа;
- изучить терминологию, применяемую в органолептическом анализе (ГОСТ Р ИСО 5492-2005);
- изучить порядок и способ проведения дегустаций рыбных, мясных и молочных продуктов (по ГОСТ 7631, ГОСТ Р ИСО 22935-2, ГОСТ 9959);
- изучить способы обработки результатов дегустации, расчета коэффициентов значимости;
- провести органолептическую оценку качества продуктов питания по заданию преподавателя и составить дегустационную карту;
- рассчитать общую органолептическую оценку с учетом коэффициентов значимости, ошибку оценки (см. табл. П.Д.1–П.Д.3 приложения Д);
- изобразить профилограмму органолептической оценки продуктов, выданных преподавателем.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед проведением испытаний обратите внимание на состояние упаковки продукта: чистоту, целостность, а также на внешние признаки доброкачественности продукта. Испорченный продукт подвергать дальнейшему анализу нельзя. Органолептические показатели оценивают в определенной последовательности: внешний вид, цвет, запах, консистенция и вкус. Очередность испытания продуктов устанавливают по степени возрастания интенсивности запаха или количества приправ или по возрастанию массовой доли составных элементов (жир, соль, сахар и т. д.).

Продукты исследуются в условиях, в которых они употребляются или при температуре, указанной в документации на проведение органолептических испытаний. Например, температура продуктов, потребляемых в горячем виде, должна быть от 55 до 60 °С.

Существуют данные, что оптимальная температурная зона четырех основных вкусов не совпадает, а некоторые вкусовые ощущения исчезают при 0 °С. Сладкий вкус лучше воспринимается при температуре пробы 37 °С, на уровне 50 °С чувствительность к этому вкусу резко падает; для соленых продуктов оптимальная зона находится около 18 °С; горький вкус лучше всего ощущается при 10 °С.

Перед дегустацией с проб удаляется производственная упаковка, этикетка, т. е. все сведения об изготовителе. Перед подачей кодируют пробы цифрами или буквами. Кодировать лучше трехзначными цифрами, так как цифра 1 или буква А подсознательно производят впечатление лучшего. Двухзначные коды могут вызвать ассоциацию о сорте продукции. Необходимо максимально выдерживать однородность условий оценки для всех образцов, чтобы не вы-

звать у дегустаторов посторонних ассоциаций. Например, форма образца должна быть одинаковой, пробы следует представлять в равных количествах.

После 5–8 проб делают перерыв не менее чем на 15 мин для восстановления сенсорных способностей.

Каждый студент – член дегустационной комиссии записывает свои оценки по единичным показателям и рассчитывает суммарную оценку с учетом коэффициентов весомости (формула (3.1), табл. П.Д.1–П.Д.3 приложения Д). Данные заносятся в дегустационную карту (таблица 3.1). При оценке показателей качества (по 5-балловой шкале) необходимо руководствоваться следующей градацией:

– относительно оцениваемого признака продукт обладает отчетливо положительными свойствами; общее впечатление полностью гармоничное; дефекты или недостатки не обнаружены – *5 баллов*;

– относительно оцениваемого признака продукт имеет незаметные дефекты или недостатки, доставляет почти полное удовольствие – *4 балла*;

– относительно оцениваемого признака продукт имеет заметные дефекты или недостатки, соответствует приемлемому уровню качества – *3 балла*;

– относительно оцениваемого признака продукт имеет недостатки и дефекты, следовательно, он не отвечает требованиям стандарта. Продукт может быть продан при определенных условиях (например, при пропорциональном снижении стоимости) – *2 балла*;

– относительно оцениваемого признака продукт имеет значительные дефекты и недостатки, поэтому непригоден для употребления. Однако он может быть предназначен для повторной переработки – *1 балл*;

– относительно оцениваемого признака продукт имеет дефекты, которые указывают на его порчу, следовательно, в любом виде продукт непригоден для употребления в пищу – *0 баллов*.

Расчет обобщенного показателя Q проводится с учетом коэффициентов значимости по формуле (3.1):

$$Q = \sum_{i=1}^n \bar{x}_i \times K_i, \quad (3.1)$$

где \bar{x}_i – усредненные оценки единичных показателей качества (вкуса, запаха, консистенции и др.), баллы; K_i – коэффициент значимости / весомости (табл. П.Д.1–П.Д.3 приложения Д).

Таблица 3.1 – Дегустационная карта

№ п/п	Наименование продукта	Наименование показателей					Суммарная оценка с учетом коэффициентов значимости Q, балл
		вкус	запах	цвет	консистенция	внешний вид	
1							
2							
3							

Далее составляется сводный лист оценки всех дегустаторов по каждому образцу продукции (таблица 3.2), куда вносят средние арифметические значения оценки суммарного показателя (в баллах), рассчитанные по формуле (3.2):

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n-1} x_i}{n}, \quad (3.2)$$

где $\sum_{i=1}^n x_i$ – сумма оценок дегустаторов одного образца продукции;

n – число дегустаторов.

Для характеристики разброса совокупности оценок дегустаторов определяется стандартное отклонение для каждого единичного показателя по формуле (3.3):

$$S = \frac{S_X}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \langle X \rangle)^2}{n(n-1)}}, \quad (3.3)$$

где n – количество измерений (должно быть ≤ 30).

Стандартное отклонение S характеризует согласованность мнений экспертов при условии однородности анализируемых проб.

Если оценки однозначны, то S по 5-балловой шкале обычно не превышает $\pm 0,5$ балла. При отклонении $\pm 1,0$, если при подготовке проб или во время дегустации не было допущено ошибок, то сомнению подвергается качество подготовки дегустаторов: профессиональная и квалиметрическая компетентность, сенсорная способность, объективность. Оценки дегустаторов, не выдержавших повторного испытания на качество подготовки, исключают из анализируемой совокупности, которую вновь статистически обрабатывают.

Таблица 3.2 – Сводный лист оценки органолептических показателей

№ п/п	Наименование продукта	Суммарная оценка с учетом коэффициентов значимости, балл	Стандартное отклонение
1			
2			
3			

По результатам оценки устанавливают уровень качества оцениваемой продукции.

Далее строятся профилограммы – контурные графики в виде многолучевой звезды (пример профилограммы представлен на рисунке 3.1). Сначала необходимо начертить радиальные линии, которые представляют собой шкалы со значениями 0 в центре и 5 (или другое значение в зависимости от балловой шкалы) у концов. Количество линий равно числу исследуемых параметров. На линиях откладываются отрезки, соответствующие средним арифметическим или суммарным значениям оценок различных параметров. Соединив полученные точки, получают профиль.

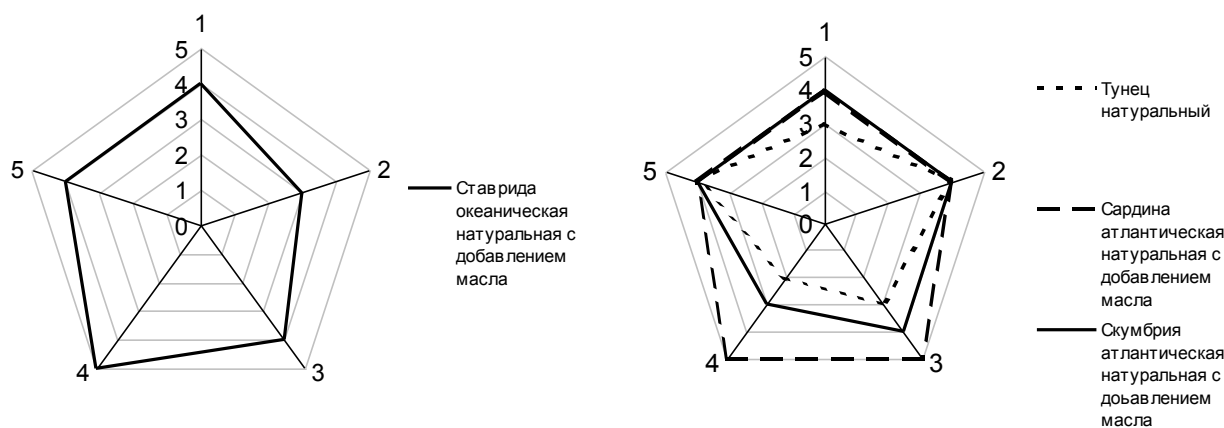


Рисунок 3.1. Пример построения профилограммы для нескольких видов консервов: названия осей: 1 – внешний вид твердой части; 2 – внешний вид жидкой части; 3 – вкус; 4 – запах; 5 – консистенция

Теоретический материал

Для оценки потребительских достоинств пищевых продуктов широко используют органолептические методы, основанные на анализе ощущений органов чувств человека. В литературе термины «органолептическая оценка», «сенсорный анализ» часто применяются как равнозначные. При современном уровне развития науки органолептики необходимо разделить эти понятия. *Органолептическая оценка* качества пищевых и вкусовых продуктов – оценка, при которой информация о качестве воспринимается органами чувств человека. Она основана на применении научно обоснованных методов и условий, гарантирующих точность и воспроизводимость результатов. Понятие *сенсорный анализ* рекомендуется применять относительно более широкого спектра восприятия органами чувств человека.

К сенсорным анализаторам человека, применяемым в органолептическом анализе, относятся:

- органы (глаза, нос, язык, уши), воспринимающие воздействие света, запаха, вкуса, звука и создающие нервные импульсы;
- нервы, проводящие в кору головного мозга импульсы, воспринятые чувствительными рецепторами в органах чувств;
- группы нервных клеток в центрах коры головного мозга, где происходит психологический анализ импульсов, позволяющий различать цвета, запахи, вкус, консистенцию, звуки.

Классификация органолептических показателей, характеризующих качество продуктов. С помощью зрения определяют *внешний вид* – общее зрительное ощущение, производимое продуктом; *форму* – геометрические свойства (пропорции) продукта; *цвет* – впечатление, вызванное световым импульсом, определенное доминирующей длиной световой волны и интенсивностью; *блеск* – способность продукта отражать большую часть лучей, падающих на поверхность, в зависимости от ее гладкости; *прозрачность* –

свойство жидких продуктов, зависящее от степени пропускания света через слой жидкости определенной толщины.

Показатели качества продукта, оцениваемые с помощью осязания (нажима):

консистенция – характеристика текстуры, отражающая совокупность геологических свойств пищевых продуктов;

плотность – свойство сопротивления продукта, возникающее при нажиме;

эластичность – способность продукта возвращать первоначальную форму после прекращения нажима, не превышающего критической величины (предела эластичности);

упругость – характеристика текстуры, обусловленная скоростью и степенью восстановления исходных размеров продукта после прекращения деформирующего воздействия;

липкость – способность текстуры, обусловленная усилием, необходимым для преодоления силы притяжения между поверхностью продукта и языком, нёбом, зубами или руками;

пластичность – свойство текстуры не разрушаться в процессе и после прекращения деформирующего воздействия;

хрупкость – свойство текстуры разрушаться при небольших резких деформациях.

Показатели качества продукта, определяемые обонянием:

запах – ощущение, возникающее при возбуждении рецепторов обоняния, определяемое качественно и количественно;

аромат – приятный гармонический запах, характерный для данного пищевого продукта (ординарного вина, чая, напитков, фруктов, специй и др.);

«букет» – приятный развивающийся запах, формирующийся под влиянием сложных процессов, происходящих во время созревания, брожения и ферментации (например, «букет» выдержанного вина).

С помощью органов чувств в полости рта определяют следующие параметры качества:

сочность – впечатление осязания, производимое соками продукта во время разжевывания (например, продукт сочный, малосочный, суховатый, сухой);

однородность – впечатление осязания, производимое размерами частиц продукта (однородность шоколадной массы, конфетных начинок);

консистенция – осязание, воспринимающее густоту, клейкость продукта, силу нажима; она чувствуется при распределении продукта на языке (консистенция жидкая, сиропообразная, густая, плотная);

волокистость – ощущение, вызываемое волокнами, оказывающими сопротивление при разжевывании продукта (например, мясо с тонкими волокнами);

крошливость – свойство твердого продукта крошиться при раскусывании и разжевывании, обусловленное слабой степенью сцепления между частицами;

нежность – условный термин, оценивается как сопротивление, которое оказывает продукт при разжевывании (например, мягкое яблоко, хрустящий огурец, нежное мясо);

терпкость – ощущение осязания, вызванное тем, что внутренняя поверхность полости рта стягивается и при этом появляется сухость во рту;

вкус – ощущение, возникающее при возбуждении рецепторов и определяемое как качественно (сладкий, соленый, кислый, горький), так и количественно (интенсивность вкуса);

флевор или вкусоность, – комплексное ощущение вкуса, запаха и осязания при распределении продукта в полости рта – определяется качественно и количественно.

Ощущения в полости рта после опробования делят на две категории. Первая касается физиологических ощущений рта и описывается, например, как выделение слюны, высыхание рта. Вторая категория обозначает ощущения всего организма человека и включает послевкусие и такие ощущения, как охлаждение, жжение, щипание.

Требования к помещению для проведения органолептического анализа. Рекомендуется иметь специальное помещение под дегустационный зал, не используемое для других целей, которое желательно располагать с северной стороны здания, так как необходимо избегать прямых солнечных лучей. Дегустационный зал обычно состоит из двух изолированных помещений (рисунок 3.2):

– рабочее, специально оборудованное для работы дегустаторов (15–20 м²);

– вспомогательное, предназначенное для подготовки образцов, посуды, вспомогательных средств и материалов.

В рабочем помещении должны соблюдаться следующие условия: отсутствие постороннего шума; наличие системы кондиционирования воздуха. Экспериментально доказано, что пребывание в жарком помещении снижает чувствительность к соленым, кислым и горьким веществам и их вкус в пищевых продуктах недооценивается. Стены, потолок и мебель должны быть окрашены в светлые, спокойные тона: белые, кремовые, светло-серые. Свет благоприятно действует на анализаторы. Исследования показывают, что пребывание в темноте в течение 30 мин ухудшает чувствительность ко всем основным вкусам в среднем на 40–50 %. Как следствие, интенсивность вкуса пищевого продукта недооценивается.

Для работы дегустаторов в рабочем помещении оборудуют рабочие места – отдельные кабинки – или используют ширмы, специальные столы с перегородками, либо столы, размещенные один за другим. Это необходимо для того, чтобы дегустаторы могли работать, не мешая друг другу.

В лаборатории располагаются пять-девять рабочих мест для дегустаторов и одно для председателя. Рабочее место председателя располагают таким образом, чтобы он мог видеть всех членов комиссии.

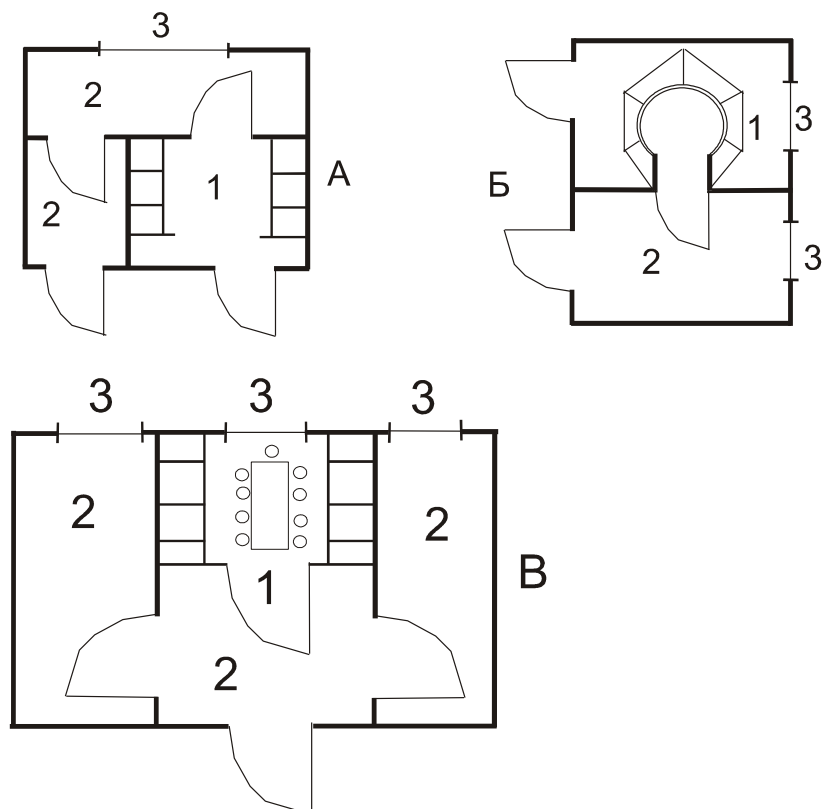


Рисунок 3.2. Примеры планировки помещений для дегустационного анализа:
 1 – лаборатория сенсорного анализа (помещение для работы дегустаторов);
 2 – подсобные помещения; 3 – окна

Рабочее место дегустаторов должно быть оснащено:

- светлым, чистым столом и регулируемым по высоте стулом;
- дегустационными листами, ручками, карандашами;
- нейтрализующими средствами для восстановления вкусовой чувствительности (кипяченой водой, минеральной водой, некрепким чаем, белым хлебом);
- салфетками;
- посудой для отходов.

Посуда, в которую помещают дегустационный образец, должна быть светлой, без запаха. Она не должна отвлекать внимания и, следовательно, искажать результаты дегустации.

Решения дегустационной комиссии оформляются протоколами.

Балловые шкалы. Органолептические показатели продуктов относятся к неизмеримым, значения которых нельзя выразить в физических размерных шкалах. Характеристику вкуса, запаха, консистенции и других сенсорных признаков приводят в качественных описаниях. Чтобы перевести качество в количество, при экспертной оценке используют безразмерные шкалы: обычно в баллах, реже в долях единицы или процентах.

Балловая шкала представляет собой упорядоченную совокупность чисел и качественных характеристик, которые приводятся в соответствие с оцениваемыми объектами согласно определяемому признаку.

Для экспертной оценки качества продукции рекомендуется использовать шкалы с нечетным числом уровней качества, чаще применяют балловые шкалы, имеющие 3, 5, 7, 9 градаций качества.

Опытный дегустатор запоминает и различает только 6–10 ступеней качества каждого показателя, для проведения оценки образцов продукта обычным потребителем рекомендуют использовать балловые шкалы с невысокой градацией (3–5 баллов). Оптимальная шкала удовлетворяет основному условию: каждый балл шкалы должен отвечать другому уровню качества, воспринимаемому средним дегустатором.

30-балловые шкалы применяют при дегустационной оценке определенного ассортимента хлебобулочных и кондитерских изделий; 25-балловая система – для органолептического контроля качества безалкогольных напитков; 10-балловая шкала используется для дегустационной оценки виноградных вин. Наиболее же часто применяется 5-балловая шкала органолептической оценки.

Разработка профилограмм. Сущность профильного метода состоит в том, что сложное понятие одного из органолептических свойств (вкус, запах или консистенция) представляют в виде совокупности простых составляющих, которые оцениваются дегустаторами по качеству, интенсивности и порядку проявления. При выполнении профильного анализа используют балловые шкалы для оценки интенсивности отдельных признаков, последовательно определяют проявления ощущений и результаты графически изображают в виде профилограммы (профиля). В зависимости от оцениваемого показателя получают профилограммы вкуса, запаха или консистенции продукта. При оценке сенсорных профилей пищевых продуктов от дегустатора требуется умение выделить отдельные признаки запаха или вкуса в присутствии более сильных по интенсивности или легче различимых признаков.

При графическом построении профилограммы особое внимание уделяют оптимальному размещению отдельных составляющих качества. Похожие или зависящие друг от друга показатели рекомендуется располагать рядом. При соединении линиями степеней интенсивности составляющих качества образуется ограниченная, легко запоминающаяся фигура, характерная для соответствующего продукта. Положительные составляющие общего органолептического качества располагают преимущественно в верхней части схемы, а отрицательные – в нижней. При соединении линиями всех величин, составляющих качество, получают изображение, дающее ясное представление о преимущественно положительном или отрицательном общем впечатлении.

Вопросы для самопроверки

1. В чем отличие сенсорного анализа от органолептического?
2. Что такое органолептическая оценка, какие виды органолептической оценки бывают?
3. Что подразумевают под термином «дегустатор»?

4. В чем разница между терминами «приемлемость» и «предпочтение» продукта питания?

5. Дайте определение понятиям «вкус», «флейвор», «аромат», «запах», «букет».

6. Назовите основные вкусы.

7. Какими терминами можно описать консистенцию продукта?

8. Что такое шкала? Какие виды балловых шкал вы можете назвать?

9. Что такое профиль? Как построить профиллограмму продукта?

Лабораторная работа № 4 **Методы определения массовой доли влаги**

Цель лабораторной работы: приобретение навыков и умений выделения средней пробы для физико-химических анализов; навыков определения влаги в пищевых продуктах из сырья животного происхождения.

Задание:

Определить массовую долю влаги:

- в вяленой рыбе методом высушивания на приборе Чижовой;
- в йогурте методом высушивания до постоянной массы;
- в копченой колбасе ускоренным методом высушивания и дистилляционным методом (методом отгонки) в аппарате Дина-Старка.

Выполнение задания рекомендуется разбить на следующие этапы:

- изучить теоретическую часть: классификацию материалов по содержанию влаги; понятия «влагосодержание» и «влажность», «равновесная влажность»; классификацию методов определения влаги (прямые и косвенные);
- провести подготовку образцов продукции для определения массовой доли влаги;
- определить массовую долю влаги указанными в задании методами;
- провести статистическую обработку результатов количественного определения содержания влаги в представленных образцах пищевых продуктов (см. лабораторные работы № 2 и 3).

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Определение массовой доли влаги в йогурте высушиванием в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С (ГОСТ Р 54668-2011, 31981-2013)

Подготовка пробы

Йогурт, без компонентов, нагревают на водяной бане до (30 ± 2) °С, затем охлаждают до (22 ± 2) °С, после чего тщательно перемешивают круговыми движениями ложкой или шпателем на всю глубину упаковки.

Йогурт, с компонентами, нагревают на водяной бане до (30 ± 2) °С, затем охлаждают до (22 ± 2) °С, после чего полностью из упаковки переносят в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 2–3 мин до получения однородной массы при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин. Во избежание расслоения пробы навеску для анализа отбирают сразу после гомогенизации.

Проведение измерений

Для получения результата измерения проводят два параллельных определения. Масса навески йогурта составляет $(5,0 \pm 0,1)$ г.

Методика определения

В металлическую бюксу на дно укладывают два кружка марли (или насыпают 20–30 г песка), высушивают их с открытой крышкой при (102 ± 2) °С 20–30 мин и, закрыв крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 20–30 мин, после чего взвешивают.

В подготовленную бюксу взвешивают 5,0–5,1 г йогурта, равномерно распределяя его по всей поверхности марли (или перемешивая с песком), и, закрыв крышкой, взвешивают. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф при (102 ± 2) °С на 120 мин, после чего бюксу закрывают, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с отсчетом до третьего знака после запятой.

Высушивание и взвешивание продолжают через 20–30 мин в течение 1 ч до получения разницы в массе между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,001 г. Если при одном из взвешиваний после высушивания будет найдено увеличение массы, для расчетов принимают результаты предыдущего взвешивания.

Обработка результатов

Массовую долю сухого вещества вычисляют по формуле (4.1):

$$C = \frac{(m_1 - m_0) \times 100}{m - m_0}, \quad (4.1)$$

где m_0 – масса бюксы с марлей (песком) и стеклянной палочкой, г; m – масса бюксы с марлей (песком), стеклянной палочкой и навеской исследуемого продукта до высушивания, г; m_1 – масса бюксы с марлей (песком), стеклянной палочкой и навеской исследуемого продукта после высушивания, г.

Массовую долю влаги, %, вычисляют по формуле (4.2):

$$W = 100 - C, \quad (4.2)$$

где C – массовая доля сухого вещества, %.

Вычисление проводят до второго знака после запятой. Результат округляют до первого знака после запятой. За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать сходимость (таблица 4.1).

Таблица 4.1

Предел допускаемой погрешности измерения массовой доли влаги при вероятности, равной 0,95	Сходимость результатов измерения массовой доли влаги, %, не более	Воспроизводимость результатов измерения массовой доли влаги, %, не более
$\pm 0,3$	0,2	0,4

Окончательный результат измерения A , %, выражают в виде (формула (4.3)):

$$A = X \pm 0,3, \quad (4.3)$$

где X – среднеарифметическое двух параллельных определений, %.

Определение массовой доли влаги в колбасе высушиванием в сушильном шкафу при температуре (150 ± 2) °С (ГОСТ 9793-2016)

Подготовка пробы

Пробы колбасных изделий два раза измельчают на бытовой или электрической мясорубке и тщательно перемешивают.

Пробы сырокопченых колбас дважды измельчают на электрической мясорубке или нарезают острым ножом на круговые ломтики толщиной не более 1 мм, после чего их режут на полоски и рубят ножом так, чтобы размер частиц пробы не превышал 1 мм, и тщательно перемешивают.

Подготовленную для испытания пробу помещают в стеклянную банку с притертой пробкой, вместимостью 200–400 см³, заполнив ее полностью, и сохраняют при температуре от 3 до 5 °С до окончания испытаний. Испытания проводят в течение 24 ч.

Методика определения

В бюксу помещают песок в количестве, примерно в 2–3 раза превышающем навеску продукта, стеклянную палочку и высушивают в сушильном шкафу при температуре (150 ± 2) °С в течение 30 мин. Затем бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. После чего в бюксу с песком вносят навеску продукта от 2 до 3 г, взвешивают повторно, тщательно перемешивают с песком стеклянной палочкой и высушивают в сушильном шкафу в открытой бюксе при температуре (150 ± 2) °С в течение 1 ч. Затем бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Обработка результатов

Массовую долю влаги в процентах вычисляют по формуле (4.4):

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (4.4)$$

где m_0 – масса бюксы с песком и палочкой, г; m_1 – масса бюксы с песком, палочкой и навеской до высушивания, г; m_2 – масса бюксы с песком, палочкой и навеской после высушивания, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,5 %. Окончательный результат вычисляют с погрешностью до 0,1 %.

Определение массовой доли влаги в вяленой рыбе высушиванием на приборе Чижовой ВЧМ (ГОСТ 7636-85)

Подготовка пробы

Рыбу, отобранную для анализа, очищают от механических загрязнений, целых и крупнодробленых пряностей и чешуи. Обмывать рыбу не допускается. Среднюю пробу, составленную из мелкой рыбы массой экземпляра 0,1 кг и менее (кроме бычка, мойвы, черноморской ставриды всех размеров и салаки длиной свыше 15 см), размалывают без разделки. У салаки длиной более 15 см, у бычка, черноморской ставриды перед размалыванием удаляют голову, внутренности вместе с икрой или молоками и хвостовой плавник. У мойвы удаляют голову вместе с пучком внутренностей, не разрезая брюшко, и хвостовой плавник.

При подготовке средней пробы, составленной из рыбы массой экземпляра от 0,1 до 1 кг, рыбу разделяют на филе: отделяют голову и плавники, разрезают тушку по брюшку и удаляют все внутренности вместе с икрой или молоками; разрезают вдоль спинки, удаляют позвоночник и, по возможности, все ребра и кожу.

Среднюю пробу в виде кусков, отобранную от крупной рыбы массой экземпляра более 1 кг, измельчают после обесшкуривания и удаления костей. Среднюю пробу мелкой неразделанной рыбы или крупной рыбы дважды пропускают через ручную мясорубку или один раз через электрическую мясорубку. Фарш тщательно перемешивают, квартууют и часть его в количестве 100–200 г переносят в широкогорлую банку с плотно закрывающейся крышкой. Среднюю пробу, доставленную в лабораторию, направляют на анализ не позднее чем через 30 мин.

Сущность метода

Метод основан на выделении воды из продукта при нагревании инфракрасными лучами и определении изменения его массы взвешиванием. Метод применяют для определения воды в вяленой рыбе и рыбе холодного копчения.

Подготовка к анализу

Прибор Чижовой (рисунок 4.1) нагревают до температуры обезвоживания исследуемого продукта (125–180 °С) в соответствии с установленным режимом.

Для изготовления бумажных пакетов лист бумаги размером 15x15 см складывают по диагонали пополам и края загибают в одну сторону на 1 см. При определении воды в жирных пробах (сельдь и др.) в бумажный пакет помещают дополнительно лист фильтровальной бумаги. Заготовительные пакеты просушивают 1–3,5 мин между нагретыми плитами прибора при температуре, при

которой будет высушиваться навеска, и переносят на 5 мин в эксикатор для охлаждения. После этого пакеты взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,01 г.

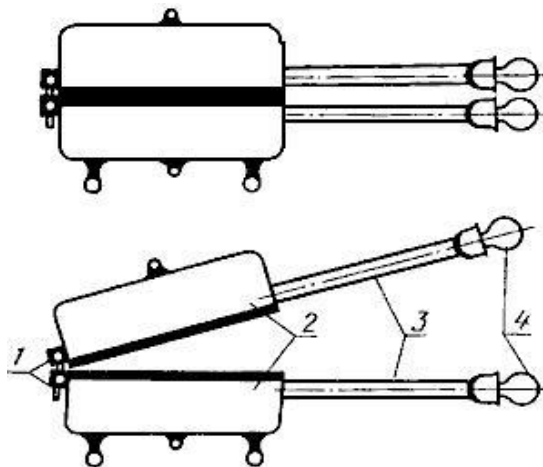


Рисунок 4.1. Прибор Чижовой ВЧМ: 1 – шарниры; 2 – металлические плиты; 3 – ручка; 4 – термометры

Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы 2–3 г, взвешенную с абсолютной погрешностью не более 0,01 г, помещают в предварительно высушенный и взвешенный пакет и распределяют ее шпателем равномерным тонким слоем по внутренней поверхности пакета. Шпатель вытирают о внутреннюю сторону пакета. Пакет с навеской складывают, помещают в прибор между плитами и выдерживают 1–3,5 мин в соответствии с режимом обезвоживания, указанным в таблице 4.2.

Таблица 4.2

Масса анализируемой пробы, г	Температура высушивания, °С	Продолжительность высушивания, мин
2	135	3,0
3	145	3,5
3	155	3,0
3	180	1,0

Обработка результатов

Массовую долю влаги в процентах (X) вычисляют по формуле (4.5):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_1 - m}, \quad (4.5)$$

где m – масса пакета, г; m_1 – масса пакета с навеской до обезвоживания, г; m_2 – масса пакета с навеской после обезвоживания, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %. Вычисление проводят до первого десятичного знака.

Определение массовой доли воды отгонкой

Сущность метода

Метод основан на выделении воды из продукта отгонкой с парами растворителя жира в аппарате типа Дина и Старка (рисунок 4.2) и определении ее объема.

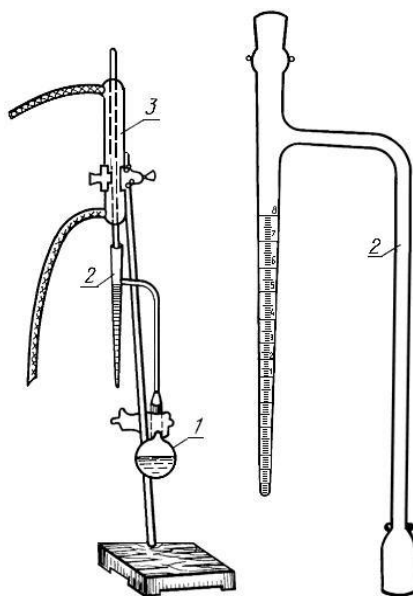


Рисунок 4.2. Аппарат количественного определения воды АКОВ (типа Дина и Старка): 1 – отгонная колба; 2 – приемник; 3 – холодильник

Проведение анализа

В стеклянную колбу 1 аппарата отвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,1 г 10–15 г тщательно измельченного продукта с таким расчетом, чтобы отогнанная вода составляла не более 10 см³, т. е. не более вместимости приемника-ловушки 2, приливают 100 см³ растворителя (толуола) и тщательно перемешивают содержимое колбы. В колбу помещают несколько кусочков неглазурованного фаянса, пемзы или фарфора и с помощью шлифа присоединяют ее к отводной трубке приемника, сообщающегося с холодильником 3.

Колбу нагревают, доводят содержимое до интенсивного кипения, поддерживая его до окончания анализа. Ориентировочная продолжительность отгона при интенсивном кипении составляет 30–40 мин. Если на стенках холодильника или приемника остаются капли воды, их осторожно сталкивают со стенки в нижнюю часть приемника стеклянной палочкой с резиновым наконечником или медной проволокой. Отгонку прекращают, когда объем воды в приемнике перестает увеличиваться и верхний слой растворителя в ловушке-приемнике становится совершенно прозрачным. Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и проводят отсчет объема воды в приемнике.

Обработка результатов

Массовую долю воды в процентах вычисляют по формуле (4.6). Вычисление проводят до первого десятичного знака.

$$X = \frac{0,998 \times Y \times 100}{m}, \quad (4.6)$$

где m – масса пробы, г; Y – объем воды в приемнике, мл; 0,998 – удельный вес воды при 20 °С, г/мл.

Теоретический материал

Все виды пищевого сырья и готовой продукции состоят из воды и сухих веществ. Чем больше воды, тем меньше сухих веществ на единицу массы продукта, меньше калорийность. Количество влаги в пищевом сырье влияет на физические (электрические, акустические, оптические, структурно-механические) свойства, выход продукта и сроки его хранения. Поэтому содержание влаги (или сухого остатка) является нормируемым показателем практически для любого вида сырья и продукта питания.

Классификация материалов по содержанию влаги. Бывают жидкие, влажные, сухие и абсолютно сухие материалы. Жидкие – материалы, находящиеся в виде растворов, т. е. содержащие большое количество свободной воды. Влажные – все нежидкие структурированные материалы, содержащие связанную и иммобилизованную воду. Сухие – материалы, содержащие только связанную адсорбционную воду. Абсолютно сухие – содержащие только химически связанную воду.

Для оценки влажности сырья и продуктов питания используют понятия «влагосодержание» и «влажность», «равновесная влажность». *Влагосодержание* – отношение массы влаги, содержащейся в материале, к массе абсолютно сухого материала. Под *влажностью* понимают отношение массы влаги, содержащейся в материале, к массе влажного материала. *Равновесная влажность* – влажность, с которой при данных условиях хранения не происходит самопроизвольного досушивания или увлажнения продукта. Продукт с равновесной влажностью называют воздушно-сухим.

Классификация методов определения влаги. Методы определения влажности подразделяют на прямые и косвенные. В основе прямых методов лежит определение влаги путем ее выделения и прямого измерения ее объема (дистилляционный метод). Прямые методы рекомендуют применять для исследования сырья и пищевых продуктов с содержанием влаги не более 40 %, богатых жиром, с высоким содержанием летучих компонентов. При косвенных методах определяют массу сухого остатка, а влажность рассчитывают, как разность между массой навески исследуемого материала и сухого остатка (теплогравиметрический, рефрактометрический методы, химический метод Фишера).

Вопросы для самопроверки

1. Приведите классификацию материалов по содержанию влаги.
2. В чем разница между понятиями «влагосодержание» и «влажность»?
3. Что такое «равновесная влажность»?
4. Приведите классификацию методов определения влаги?
5. Какие методы определения называют стандартными?
6. В чем разница между ускоренными и экспресс-методиками?
7. В чем заключается гравиметрический метод определения влажности?
8. Какие методы позволяют определять влагу и липиды в одной пробе продукта?
9. В чем состоит метод определения влажности отгонкой?

Лабораторная работа № 5 Методы определения массовой доли липидов

Цель лабораторной работы: приобретение практических навыков и умений определения липидов в пищевых продуктах.

Задание:

Определить содержание липидов:

- в консервах / печенье методом с предварительным гидролизом продукта и экстракцией хлороформом;
- в йогурте и колбасе экстракционным методом по обезжиренному остатку (модификация Рушковского);
- в копченой колбасе совместным методом определения массовой доли влаги и жира – дистилляционным методом (методом отгонки) в аппарате Дина-Старка.

Выполнение задания рекомендуется разбить на следующие этапы:

- изучить теоретическую часть: понятия «липиды» и «жиры»; классификацию методов определения липидов (с экстракцией сырого жира, определения свободных липидов, с предварительным гидролизом);
- провести подготовку образцов продукции для определения массовой доли липидов;
- провести определения липидов указанными в задании методами;
- провести статистическую обработку результатов количественного определения содержания липидов в представленных образцах пищевых продуктов (см. лабораторные работы № 2 и 3).

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Определение массовой доли жира с предварительным гидролизом продукта и экстракцией хлороформом (ГОСТ 31902-2012)

3–5 г измельченной анализируемой пробы взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ 1,5%-ной соляной кислоты (или 100 см³ 5%-ной серной кислоты), кипятят в колбе с обратным холодильником на слабом огне 30 мин. Затем колбу охлаждают водой до комнатной температуры, вносят 50 см³ хлороформа, плотно закрывают хорошо пригнанной пробкой, энергично взбалтывают в течение 15 мин, выливают содержимое в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 2–3 мин со скоростью 3000 об/мин. В пробирке образуется три слоя. Верхний водный слой удаляют с помощью делительной воронки.

Также расслаивание может происходить следующим способом. После гидролиза в охлажденную колбу добавляют 5 см³ раствора аммиака плотностью 910,0 кг/м³, 50 см³ хлороформа. Содержимое колбы взбалтывают в течение 15 мин и оставляют на 1 ч для отстаивания. За это время полностью отделяется и становится четко видимым нижний хлороформный слой. Если расслаивания не произойдет, добавляют еще 2–3 см³ аммиака, следя за тем, чтобы реакция по фенолфталеину оставалась кислой.

Пипеткой, снабженной резиновой грушей, отбирают хлороформный раствор жира и фильтруют его в сухую колбу через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть воронки, причем кончик пипетки должен при этом касаться ваты.

20 см³ фильтрата помещают в предварительно доведенную до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г) и взвешенную колбу вместимостью примерно 100 см³. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Фильтрацию и отбор следует проводить в течение 2 мин, хлороформ из колбы отгоняют на горячей бане, пользуясь холодильником с прямой трубкой. Оставшийся в колбе жир сушат до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г) 1,0–1,5 ч при температуре 100 °С, затем охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают колбу. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Проводят два параллельных определения и рассчитывают массовую долю жира (Ж) по формуле (5.1):

$$Ж = \frac{(m_2 - m_1) \times 50 \times 100}{20 \times m}, \quad (5.1)$$

где m_1 – масса пустой колбы, г; m_2 – масса колбы с полученным жиром, г; 50 – объем хлороформа, взятый для растворения жира, см³; m – масса анализируемой пробы, г; 20 – объем фильтрата, взятый для отгона, см³.

Определение массовой доли жира экстракционным методом в аппарате Сокслета

Метод основан на экстракции жира органическим растворителем из сухой навески и определении его массы взвешиванием. Метод применяется при разногласиях в оценке качества продукта, т. е. является арбитражным.

Навеску исследуемого продукта 5–10 г, взвешенную с абсолютной погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую ступку. Туда же добавляют двойное-тройное по массе количество безводного сернокислого (или фосфорнокислого) натрия и смесь хорошо растирают пестиком. Обезвоженный продукт количественно переносят в пакет или специальный патрон. Ступку протирают ваткой, смоченной эфиром, которую затем присоединяют к сухой навеске и помещают в экстрактор аппарата Сокслета. Экстрактор соединяют с предварительно высушенной до постоянной массы при 105 °С и взвешенной колбой и наливают эфир с таким расчетом, чтобы количество его в 1,5 раза превышало объем экстрактора. Экстрактор с помощью пришлифованной пробки соединяют с холодильником. Воду пропускают в холодильник аппарата, колбу слабо нагревают на водяной бане.

Экстракцию жира проводят в течение 10–12 ч. Интенсивность нагрева должна быть такой, чтобы в течение 1 ч происходило не менее 5–6 и не более 8–10 сливаний эфира. Полноту извлечения жира проверяют нанесением капли стекающего из экстрактора растворителя на часовое стекло. После испарения растворителя на стекле не должно оставаться жирного пятна.

При перерыве в работе в экстракторе оставляют эфир в таком количестве, чтобы патрон с навеской был погружен в него, и извлечение жира из навески продолжалось настаиванием в течение времени перерыва. По окончании экстракции жира эфир из колбочки отгоняют, а колбу с жиром помещают в сушильный шкаф, высушивают при 100–105 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,001 г. Колбу с жиром лучше сушить в атмосфере инертного газа или под вакуумом.

Массовую долю жира (Ж) в процентах вычисляют по формуле (5.2):

$$Ж = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m}, \quad (5.2)$$

где m – масса исследуемого образца, г; m_1 – масса колбочки с жиром, г; m_2 – масса пустой колбочки, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %. Вычисление проводят до первого десятичного знака.

Определение массовой доли жира экстракционным методом по обезжиренному остатку (модификация Рушкова)

Метод основан на определении изменения массы образца после экстракции жира растворителем.

2–5 г исследуемого образца, отвешенных с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, высушивают в бюксе в сушильном шкафу при температуре

100–105 °С. Высушенную навеску количественно переносят в пакеты из фильтровальной бумаги размером 8x9 см. Стенки бюксы протирают небольшим кусочком ваты, смоченным в эфире, вату присоединяют к навеске в пакет из фильтровальной бумаги.

Пакет с навеской вкладывают в другой пакет из фильтровальной бумаги размером 9x10 см так, чтобы линии загиба обоих пакетов не совпадали. Пакеты можно перевязать ниткой. Наружный пакет нумеруют графитовым карандашом. Пакет с навеской помещают в ту же бюксу и высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при 100–105 °С. Допускается сушить пробы для нежирных продуктов при 100–105 °С непосредственно в пакетах. Высушенный до постоянной массы пакет с навеской помещают в экстрактор аппарата Сокслета (рисунок 5.1). В аппарат Сокслета можно поместить несколько пакетов при условии, что в процессе экстракции все они будут погружены в эфир и хорошо им омыты.

Экстракцию эфиром продолжают в течение 10–12 ч. Окончание экстракции проверяют нанесением капли стекающего из экстрактора растворителя на часовое стекло. После испарения растворителя на стекле не должно оставаться жирного пятна. По окончании экстракции пакет помещают в ту же бюксу и в течение 20–30 мин выдерживают в вытяжном шкафу для удаления эфира, затем высушивают в шкафу при температуре 100–105 °С до постоянной массы в течение 1–3 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,001 г.

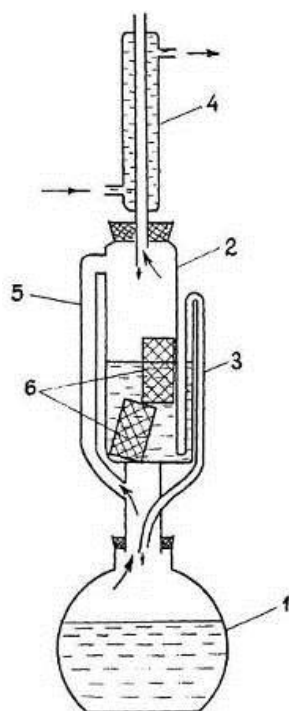


Рисунок 5.1. Аппарат Сокслета: 1 – плоскодонная стеклянная колба; 2 – экстрактор; 3 – сифонная трубка; 4 – холодильник; 5 – обратная теплоизолированная трубка; 6 – патроны с образцами продукции

Массовую долю жира (Ж) в процентах вычисляют по формуле (5.3):

$$Ж = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m}, \quad (5.3)$$

где m – масса исследуемого образца, г; m_1 – масса высушенных бюксы, пакета и образца до экстракции, г; m_2 – масса высушенных бюксы, пакета и образца после экстракции, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %. Вычисление проводят до первого десятичного знака.

Определение массовой доли жира и воды отгонкой

Метод основан на одновременном извлечении жира и воды из навески растворителем и последующем раздельном количественном их определении взвешиванием.

По окончании отгонки воды (см. лабораторную работу № 3) и охлаждения раствора в отгонной колбе раствор фильтруют через бумажный фильтр или вату в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок переносят на фильтр, смывают колбу и промывают осадок на фильтре несколькими порциями свежего растворителя. Объем в колбе доводят до метки растворителем и перемешивают взбалтыванием. Отбирают пипеткой 20–30 см³ раствора, переносят в бюксу диаметром 40–50 мм, предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,001 г, и растворитель выпаривают на водяной бане до полного исчезновения запаха. Бюксу тщательно вытирают снаружи фильтровальной бумагой и взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,001 г.

Массовую долю жира (Ж) в процентах вычисляют по формуле (5.4). За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %. Вычисление проводят до первого десятичного знака

$$Ж = \frac{(m_1 - m_2) \times 100 \times V}{m \times V_1}, \quad (5.4)$$

где m – масса исследуемого образца, г; m_1 – масса бюксы с жиром, г; m_2 – масса пустой бюксы, г; V – общий объем раствора, см³; V_1 – объем раствора, отобранный для определения жира, см³.

Теоретический материал

Различают понятия «липиды» и «жиры». Липиды – это вещества, которые нерастворимы в воде, растворимы в органических растворителях (таких как хлороформ, эфир, толуол), содержат в молекулах высшие алкильные радикалы и входят в состав живых организмов. Это обширная группа природных органических соединений. Липиды бывают простыми и сложными. Молекулы простых липидов состоят из спирта и высокомолекулярных жирных кислот, сложных – из спирта, высокомолекулярных жирных кислот и других компонентов.

Термин «жир» относится к сумме липидов, извлеченных из животного или растительного сырья тем или иным способом. Состав выделенного жира будет зависеть от способа его выделения – прессования, экстракции. При практически полном извлечении липидов термин «жир» становится эквивалентен термину «липиды». Термины «жир» и «масло» связывают с агрегатным состоянием объекта: если объект находится в твердом состоянии – это жир, в жидком – масло.

Классификация методов определения липидов. Методы делят на две группы. Первая связана с определением жира непосредственно в исследуемом объекте (методы ядерного магнитного резонанса, инфракрасной спектроскопии). Методы второй группы основаны на экстракции жира в органическую фазу и, в свою очередь, по приемам экстракции делятся на:

- методы с экстракцией сырого жира из обезвоженного материала неполярным или слабо полярным растворителем (эфиром) в специальных аппаратах (метод Сокслета – прямой метод, модификация Рушковского – косвенный метод);

- методы определения свободных липидов (рефрактометрический и колориметрический);

- методы определения липидов с предварительным кислотным или щелочным гидролизом (экстракционно-весовой метод с предварительным гидролизом белков и углеводов навески продукта кислотой).

Вопросы для самопроверки

1. Что такое «липиды», «сырой жир»?
2. Какие сопутствующие вещества попадают в экстракт при извлечении сырого жира растворителем?
3. Как классифицируются методы определения липидов в пищевых продуктах?
4. Какими способами производят обезвоживание пробы продукта перед определением жира?
5. В чем сущность метода, позволяющего определять влагу и липиды в одной пробе продукта?
6. В чем сущность определения липидов в аппарате Сокслета?
7. В чем сущность определения липидов с предварительным гидролизом углеводов?
8. В чем состоит модификация Рушковского?
9. Какие меры безопасности должны соблюдаться в местах проведения экстракции жира?
10. В чем особенности определения липидов рефрактометрическим методом?

Лабораторная работа № 6

Титриметрические методы анализа. Определение азотистых веществ

Цель лабораторной работы: получить практические навыки и умения титриметрического анализа и знания методик определения азотистых веществ в пищевом сырье и продуктах питания.

Задание:

1. Изучить классификацию титриметрических методов анализа.
2. Изучить методики определения азотистых веществ по Кьельдалю; белковой и небелковой фракции азотистых веществ по Барнштейну.
3. Провести определение белков и казеиновой фракции в молоке методами формольного и кислотного титрования.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Методика определения азотистых веществ по Кьельдалю

Сущность метода заключается в разложении органического вещества пробы кипящей концентрированной серной кислотой с образованием солей аммония, переведении аммония в аммиак, отгонке его в раствор кислоты, количественном учете аммиака титриметрическим методом и расчете содержания азота в исследуемом материале.

Для определения используют установку типа Кьельдаля или аппарат для отгонки аммиака с водяным паром (рисунки 6.1 и 6.2). Кроме этого применяются автоматические и полуавтоматические анализаторы белка/азота по Кьельдалю, например, Kjeltec фирмы Foss.

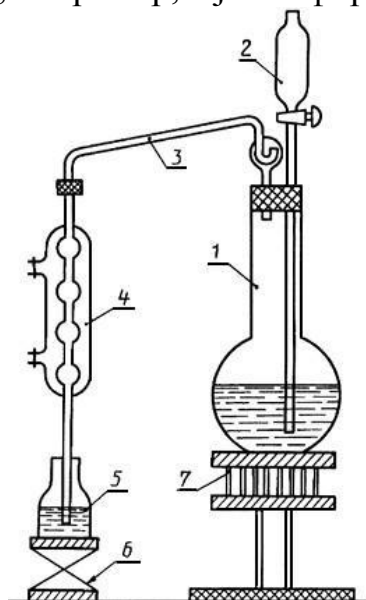


Рисунок 6.1. Установка типа Кьельдаля:
1 – колба Кьельдаля; 2 – капельная воронка;
3 – каплеуловитель; 4 – холодильник;
5 – приемная колба; 6 – подъемный столик;
7 – колбонагреватель или электроплитка
с регулятором температуры, или газовая
горелка

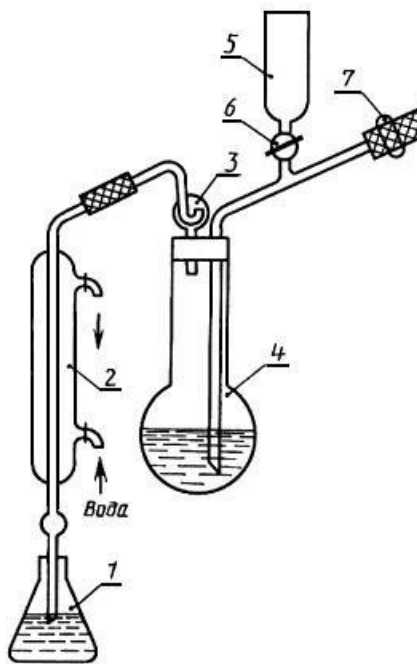


Рисунок 6.2. Аппарат для отгонки аммиака с водяным паром: 1 – приемная колба; 2 – холодильник; 3 – каплеуловитель; 4 – отгонная колба; 5, 9 – воронки; 6, 7, 8 – краны; 10 – паробразователь

Метод состоит из трех этапов: минерализация навески; отгонка аммиака; титрование избытка серной кислоты.

На первом этапе органические вещества навески при нагревании с концентрированной серной кислотой в колбе Кьельдаля окисляются до воды, углекислоты и аммиака. При этом аммиак с серной кислотой дает сернокислый аммоний.

На втором этапе для полной нейтрализации смеси и вытеснения аммиака в колбу Кьельдаля добавляют раствор гидроксида натрия и проводят отгонку паров, выделяющихся в ходе реакции нейтрализации аммиака. Отгонку продолжают до тех пор, пока дистиллят не покажет отрицательной реакции на аммиак (это можно проверить индикаторной бумагой). Выделившийся аммиак связывают титрованным раствором соляной (серной или борной) кислоты, которую наливают в колбу-приемник.

На третьем этапе избыток соляной (серной или борной) кислоты в колбе-приемнике оттитровывают 0,1 н раствором гидроксида натрия до изменения окраски индикатора фенолфталеина. Если использовалась борная кислота, то образующийся в колбе-приемнике гидроборат аммония оттитровывают раствором соляной или серной кислоты до изменения окраски смешанного индикатора. Параллельно так же, как и основной, проводят контрольный опыт, применяя 5 см³ дистиллированной воды вместо навески продукта.

Методика определения белковой и небелковой фракции азотистых веществ по Барнштейну

Белок, определяемый по методу Барнштейна, включает протеиновую и нуклеотидную части. При определении протеина по Барнштейну полипептидные цепи (истинный протеин) осаждают сернокислой медью, а в растворе оста-

ется небелковый азот, свободные аминокислоты, дипептиды. Раствор фильтруют, а фильтр с осадком используют для определения протеина по Кьельдалю.

Навеску анализируемого продукта гидролизуют горячей дистиллированной водой в течение одного часа. Если продукт содержит много крахмала, то нагревание проводят на водяной бане при 40–50 °С в течение 10 мин, так как в противном случае крахмал клейстеризуется и затрудняет дальнейшее исследование. Для осаждения белков добавляют 6%-ный раствор CuSO_4 и 1,25 %-ный раствор NaOH . Смесь перемешивают и оставляют минимум на 2 ч. В отстоявшейся жидкости обязательно должен быть избыток CuSO_4 . После отстаивания осадка надосадочную жидкость сливают через фильтр, а осадок промывают горячей водой 10–15 раз до исчезновения в промывных водах реакции на H_2SO_4 с BaCl_2 и Cu с $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Подсушенный осадок вместе с фильтром помещают в колбу Кьельдаля и определяют массовую долю белкового азота. В фильтрате определяют небелковый азот методом Кьельдаля.

Определение белков и казеиновой фракции в молоке методом формольного титрования

Метод формольного титрования основан на нейтрализации карбоксильных групп моноаминодикарбоновых кислот белков раствором гидроксида натрия, затраченное на нейтрализацию количество которого пропорционально массовой доле белка в молоке.

Аминогруппы аминокислот, не принявшие участие в образовании пептидных связей в белках, находятся в виде внутрикомплексных солей и не поддаются прямому титрованию. Поэтому проводят блокировку аминогрупп формалином. Образовавшуюся метиленаминокислоту оттитровывают щелочью. Для расчетов принимают, что количество связанных щелочью карбоксильных групп строго равно количеству аминных групп, связанных формалином.

Бюретку вместимостью не менее 5 см³ с ценой деления не более 0,05 см³ заполняют раствором гидроксида натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³. В химический стакан или колбу на 100 см³ помещают 10 см³ молока и 10 капель индикатора фенолфталеина. Титруют раствором гидроксида натрия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Определяют количество раствора щелочи, затраченной на нейтрализацию молока, до внесения формальдегида, добавляют в стакан 2 см³ 30–40%-ного раствора формальдегида. По истечении 2–2,5 мин содержимое стакана титруют раствором гидроксида натрия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

Параллельно проводят контрольный опыт по нейтрализации смеси 10 см³ воды и 2 см³ раствора формальдегида.

Массовую долю белка X (%) вычисляют по формуле (6.1):

$$X = (V_2 - V_1 - V_0) \times 1,94, \quad (6.1)$$

где V_2 – общее количество раствора, израсходованное на нейтрализацию, см³; V_1 – количество раствора, израсходованное на нейтрализацию до внесения формальдегида, см³; V_0 – количество раствора, израсходованное на контроль-

ный опыт, см³; 1,94 – эмпирический коэффициент для пересчета на общее количество белка в молоке (%/ см³). Если необходимо определить содержание только казеиновых белков, то коэффициент равен 1,51(% / см³).

Определение казеиновой фракции в молоке методом кислотного титрования

В основе метода кислотного титрования лежит способность казеина нейтрализоваться щелочью по фрагментам аспарагиновой и глутаминовой кислот. Для этого казеин в одной пробе молока осаждают разбавленной серной кислотой и гетерогенную систему непосредственно титруют раствором щелочи (без фильтрования). В другой пробе казеин осаждают и отфильтровывают, а полученный фильтрат без казеина вновь титруют. Осадок содержит казеин, а жидкость (сыворотка) – глобулины и альбумины. Количество казеина рассчитывают по разности раствора щелочи, пошедшего на оба титрования.

Отмеривают пипеткой 20 см³ исследуемого молока в коническую колбу объемом 200 см³, вливают 80 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Затем прибавляют по каплям при постоянном перемешивании из бюретки 0,05н раствор серной кислоты до тех пор, пока не выпадет большими хлопьями казеиновая фракция (обычно требуется от 14 до 24 см³ кислоты). Недостатка и избытка кислоты следует избегать, так как и в том, и в другом случае не будет полного осаждения казеина. После того как осадок сформировался (примерно через 15 мин), содержимое колбы фильтруют в коническую колбу.

Во время фильтрования берут другую колбу на 200 см³, вливают в нее 20 см³ молока, 80 см³ дистиллированной воды и из бюретки при постоянном перемешивании приливают столько же 0,05н раствора серной кислоты, сколько его было прибавлено при осаждении казеина в первой колбе. Затем, прибавив к гетерогенной смеси 3–5 капель фенолфталеина, титруют содержимое колбы 0,1н раствором NaOH до слабо-розового окрашивания (при титровании выпавшие хлопья казеина практически полностью растворяются). По окончании фильтрования 100 см³ фильтрата помещают в коническую колбу емкостью 200 см³, прибавляют 3-5 капель фенолфталеина и титруют 0,1н раствором гидроксида натрия до слабо-розового окрашивания.

Количество щелочи X_1 , пошедшей на титрование 100 см³ фильтрата, пересчитывают на весь объем жидкости (общий объем жидкости складывается из количества молока, воды и серной кислоты) по формуле (6.2):

$$X_1 = \frac{V \times (100 + V_1)}{100}, \quad (6.2)$$

где V – количество 0,1н раствора NaOH, пошедшего на титрование 100 см³ фильтрата, см³; V_1 – количество 0,05н раствора H₂SO₄, прибавленное для осаждения казеина, см³.

Массовую долю казеина в молоке X (%) рассчитывают по формуле (6.3):

$$X = \frac{(X_2 - X_1) \times 0,1131 \times 100}{20}, \quad (6.3)$$

где X_2 – количество 0,1 н раствора NaOH, пошедшего на титрование второй пробы (смеси с казеином), см³; X_1 – количество 0,1н раствора NaOH, рас-

считанного по формуле (6.2), см³; 0,1131 – количество казеина, эквивалентное 1 мл 0,1н раствора NaOH, г.

Теоретический материал

Белки (протеины) – высокомолекулярные органические вещества, состоящие из альфа-аминокислот, соединённых в цепочку пептидной связью. Содержание белков в сырье и продуктах питания обычно определяют косвенными методами, а именно путем пересчета, исходя из количества общего азота. Коэффициент пересчета для большинства пищевых продуктов берут равным 6,25, так как считают, что в сыром протеине пищевых продуктов сложного состава содержится в среднем 16 % азота. Этот пересчет условен, так как содержание азота в разных белках колеблется от 15 до 19 %. Так, например, при определении общего количества белков в молоке полученную по методу Кьельдаля цифру общего азота умножают на коэффициент 6,45 (принимая содержание азота в белках молока равным 15,5 % и считая весь азот принадлежащим белку).

Под *общим азотом* подразумевают массовую долю азота в азотсодержащих соединениях, которые входят в состав сырья и продуктов питания. Белок, установленный путем пересчета по количеству общего азота, называют *сырым протеином*, поскольку вместе с азотом белка в общий азот входит и азот небелковых соединений (альбумоз, пептонов, нуклеиновых кислот, аминокислот, азотсодержащих экстрактивных веществ – креатина и мочевины; алкалоидов, глюкозидов, аммонийных солей и аммиака).

Классификация методов титриметрического анализа. Методы титриметрического анализа можно классифицировать по характеру химической реакции, лежащей в основе определения веществ, и по способу титрования.

По своему характеру реакции, используемые в титриметрическом анализе, относятся к различным типам – реакциям соединения ионов и реакциям окисления-восстановления. В соответствии с этим титриметрические определения можно подразделять на следующие основные методы: метод кислотно-основного титрования (нейтрализации), методы осаждения и комплексообразования, метод окисления-восстановления.

Методы кислотно-основного титрования (нейтрализации). К данной группе относятся определения, основанные на взаимодействии кислот и оснований, т. е. на реакции нейтрализации:



Методом кислотно-основного титрования (нейтрализации) определяют количество кислот (алкалометрия) или оснований (ацидиметрия) в данном растворе, количество солей слабых кислот и слабых оснований, а также веществ, которые реагируют с этими солями. Применение неводных растворителей (спиртов, ацетона) позволило расширить круг веществ, которые можно определять данным методом.

Методы осаждения и комплексообразования. В эту группу входят титриметрические определения, основанные на осаждении того или иного иона в ви-

де малорастворимого соединения или связывании его в малодиссоциированный комплекс.

Методы окисления-восстановления (редоксиметрия). Эти методы основаны на реакциях окисления и восстановления. Их называют обычно по применяемому титрованному раствору реагента, например, перманганатометрия основана на реакциях окисления с перманганатом калия KMnO_4 ; иодометрия – на реакциях окисления или восстановления иодом; в бихроматометрии применяют бихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; в броматометрии – бромат калия KBrO_3 .

По способу титрования различают следующие методы:

Метод прямого титрования. В этом случае определяемый ион титруют раствором реагента (или наоборот).

Метод замещения. Этот метод применяют тогда, когда по тем или иным причинам трудно определить точку эквивалентности, например при работе с неустойчивыми веществами.

Метод обратного титрования (титрование по остатку) используют, когда нет подходящего индикатора или когда основная реакция протекает не очень быстро. Например, для определения CaCO_3 навеску вещества обрабатывают избытком титрованного раствора соляной кислоты.

Каким бы методом не проводилось определение, всегда предполагается:

- 1) точное измерение объемов одного или обоих реагирующих растворов;
- 2) наличие титрованного раствора, при помощи которого проводят титрование;
- 3) вычисление результатов анализа.

Титриметрический анализ в отношении скорости выполнения дает огромное преимущество по сравнению с гравиметрическим анализом. Ускорение определений достигается благодаря тому, что вместо взвешивания продукта реакции при титриметрическом анализе измеряют объем затрачиваемого на ее проведение раствора реагента, концентрация (или, как говорят, титр) которого всегда точно известна. Таким образом, в титриметрическом (объемном) анализе количественное определение химических веществ осуществляется чаще всего путем точного измерения объемов растворов двух веществ, вступающих между собой в реакцию.

Под *титром* обычно понимают число граммов или миллиграммов растворенного вещества, содержащееся в 1 мл раствора. Например, выражение «титр H_2SO_4 равен 0,0049 г/мл» означает, что каждый миллилитр данного раствора серной кислоты содержит 0,0049 г H_2SO_4 . Титр обозначается буквой Т с указанием формулы соответствующего вещества.

Раствор, титр которого точно известен, называется титрованным. От слова титр в титриметрическом анализе происходит ряд терминов, например титрование.

При анализе титрованный раствор реагента помещают в измерительный сосуд, называемый бюреткой, и понемногу приливают его к исследуемому раствору до тех пор, пока тем или иным способом не будет установлено, что затра-

ченное количество реагента эквивалентно количеству определяемого вещества. Эта операция называется титрованием.

Отсчитав по бюретке израсходованный на титрование объем раствора реагента и зная его титр, перемножают эти величины и получают израсходованное на реакцию количество реагента (в граммах). Отсюда по уравнению реакции уже нетрудно вычислить количество определяемого вещества в исследуемом растворе, а если известен объем последнего, то и титр раствора.

Сопоставление титриметрического анализа с гравиметрическим показывает, что вместо длительных и кропотливых операций: осаждения (с последующим созреванием осадка), фильтрования, промывания, прокаливания пустого тигля и тигля с осадком и т. д., при титриметрическом анализе проводят всего одну операцию – титрование, которое при некотором навыке аналитика занимает несколько минут.

Точность титриметрических определений обычно немного меньше точности гравиметрических, так как взвешивание на аналитических весах несколько точнее измерения объемов бюреткой. Однако при правильной работе разница настолько невелика, что с нею в большинстве случаев можно не считаться. Поэтому там, где возможно, стараются вести определение более быстрыми титриметрическими методами.

Вопросы для самопроверки

1. На чем основано определение белкового и небелкового азота по Барнштейну?
2. Из каких этапов состоит методика определения общего азота по Кьельдалю?
3. Что такое сырой протеин?
4. Как рассчитать содержание сырого протеина в сырье и продуктах?
5. Приведите примеры белковых и небелковых азотистых веществ.
6. Как классифицируются титриметрические методы анализа?
7. В чем преимущества и недостатки титриметрических методов?
8. Каковы основные этапы титриметрического анализа?
9. Что такое титрованный раствор?
10. В чем сущность метода формольного титрования?

Лабораторная работа № 7 Спектральные методы анализа

Цель лабораторной работы: получить практические навыки и умения работы на фотоэлектроколориметре, а также навыки определения белковых веществ по биуретовой реакции с применением спектрального метода анализа.

Задание:

1. Определить содержание водо-, соле- и щелочерастворимых белков в выданном продукте фотоэлектроколориметрическим методом.

Выполнение задания рекомендуется разбить на следующие этапы:

- изучить теоретический материал, выписать основные понятия колориметрических методов анализа.
- изучить принцип работы фотоэлектроколориметра.
- провести выделение водо-, соле- и щелочерастворимых белков из пробы продукта.
- приготовить контрольные растворы.
- провести определение белка на фотоэлектроколориметре.
- сделать вывод о концентрации белковых веществ различных фракций в продукте.

Методические указания

Выделение водорастворимых белков. Мышечную ткань в количестве 1 г растереть в фарфоровой ступке с 9 мл дистиллированной воды ($\text{pH} = 7$), доведенной до $5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Полученной смеси дать отстояться 30 мин при температуре $5\text{ }^{\circ}\text{C}$, затем центрифугировать 10 мин при 4000 об/мин. В полученном растворе-центрифугате определить наличие водорастворимых белков колориметрическим методом.

Выделение солерастворимых белков. К осадку, оставшемуся в центрифужной пробирке, добавить 9 мл 5%-ного раствора хлорида натрия. Выдержать 30 мин при температуре $5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Центрифугировать 10 мин при 4000 об/мин. Полученный центрифугат перелить в чистую пробирку и использовать для определения солерастворимых белков колориметрическим методом.

Выделение белков, растворимых в щелочах. Остаток из центрифужной пробирки (после удаления водо- и солерастворимой фракции белков) растереть в фарфоровой ступке с 10 мл 0,2%-ного раствора гидроксида натрия, дать отстояться 2–3 мин и отфильтровать. К фильтрату добавить по каплям 0,1н раствор уксусной кислоты. Выпавший осадок представляет собой нерастворимые белки. Раствор перелить в чистую пробирку и использовать для определения щелочерастворимых белков колориметрическим методом.

Подготовка рабочих растворов белка к анализу. Из полученных растворов отобрать по 0,5 мл раствора в центрифужные пробирки. Добавить по 2 мл трихлоруксусной кислоты концентрацией 20 %, выдержать 5 минут и центрифугировать при 6000 об/мин в течение 10 мин. Надосадочную жидкость слить, к осадку добавить 1,5 мл смеси этилового спирта и серного эфира (1:2), перемешать стеклянной палочкой, центрифугировать при 3000 об/мин в течение 10 мин. Надосадочную жидкость слить, к осадку прибавить 1 мл 10 %-ного раствора гидроксида натрия и 4 мл биуретового реактива.

Смесь перемешать, выдержать при комнатной температуре 20 мин, центрифугировать при 4000 об/мин в течение 10 мин. Жидкость использовать для анализа на фотоэлектроколориметре (рисунок 7.1).

Приготовление контрольных проб. В чистые пробирки наливают: в первую – 1 мл дистиллированной воды (контроль для определения водорастворимых белков), во вторую – 1 мл 5%-ного раствора хлористого натрия (контроль для определения солерастворимых белков), в третью – 1 мл 0,2%-ного раствора гидроксида натрия (контроль для определения щелочерастворимых белков). Во все пробирки налить по 4 мл биуретового реактива.

Проведение анализа. Рабочий и контрольный растворы перелить в фотометрические кюветы. Колориметрировать рабочую пробу против контроля при длине волны 540 нм. Концентрацию белка находят по калибровочному графику (приложение Е).

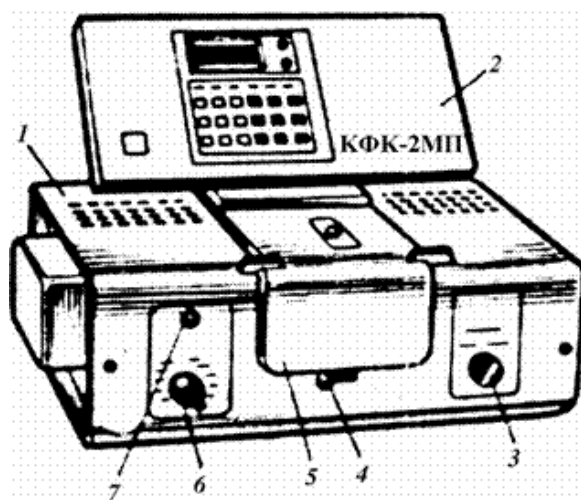


Рисунок 7.1. Внешний вид фотоэлектроколориметра: 1 – шкала регистрирующего прибора; 2 – кнопка включения прибора в сеть; 3 – ручка переключения светофильтров; 4 – ручка перемещения кювет; 5 – ручка включения фотоприемников; 6 – ручки установки 100%-ного светопропускания; 7 – крышка кюветного отделения

Принцип работы состоит в следующем. Открывают крышку 7 кюветного отделения. При этом шторка перекрывает световой поток между кюветным отделением и фотоприемником. С помощью ручки 8 вводят требуемый светофильтр. Устанавливают минимальную чувствительность колориметра, переключая ручку 5 в положение «1» и ручку 4 – в крайнее левое положение. Спустя 15 мин при открытом кюветном отделении (при закрытой шторке) отвёрткой устанавливают стрелку микроамперметра 1 на ноль с помощью потенциометра 2, расположенного с правой стороны прибора.

Затем помещают кювету с растворителем (или контрольным раствором) в световой пучок прибора, закрывают крышку 7 кюветного отделения и ручками 5, 4 и 3 устанавливают стрелку на отсчёт «100». Если установить стрелку не

удается, переключают ручку 5 на повышенную чувствительность на «2» или «3» и ещё раз проверяют отсчёты «0» и «100».

После установки стрелки прибора на «0» и «100» с использованием контрольного раствора или дистиллированной воды перемещением ручки 6 заменяют контрольный раствор исследуемым и производят отсчёт по шкале прибора. Затем открывают крышку прибора, заменяют в кювете исследуемый раствор и вновь производят измерение 3–5 раз. Результатом измерений считают среднее значение этих отсчетов. Следует помнить, что все переключения светофильтров и измерения осуществляют лишь при установке ручек 3, 4 и 5 на минимальную чувствительность. В противном случае прибор может выйти из строя из-за перегрузки.

Теоретический материал

Спектральные (оптические) методы. Оптическими методами исследования называют методы, основанные на взаимодействии света с веществом. Величина поглощения света, прошедшего через слой раствора, определённым образом зависит от концентрации в нём вещества. К этим методам, например, относят рефрактометрический, поляриметрический, фотометрический методы.

Различают несколько фотометрических методов. Наиболее важными из них являются визуальная колориметрия, спектрофотометрия и фотоэлектроколориметрия.

Колориметрия – это раздел фотометрии, в котором определяют поглощение видимого спектра света веществом.

Цвет – это свойство света вызывать определённые зрительные ощущения в соответствии со спектральным составом отражаемого или испускаемого излучения. Свет разных длин волн дает разные цвета: при длине волны около 460 нм – фиолетовый, 470 нм – синий, 480 нм – голубой, 520 нм – зелёный, 580 нм – жёлтый, 600 нм – оранжевый, 640 нм – красный.

Применительно к конкретным объектам, не испускающим, а отражающим свет, иногда вместо термина «цвет» употребляют термин «окраска».

Цветность (окрашенность) – это показатель, характеризующий интенсивность цвета продукта, выраженный в единицах оптической плотности или в условных единицах.

Если глаз человека способен различать окраски, различающиеся друг от друга по интенсивности более чем на 2 %, то фотоэлемент – менее чем на 0,01 %.

Биуретовая реакция – качественная реакция на все без исключения белки, а также продукты их неполного гидролиза, которые содержат не менее двух пептидных связей. Биуретовая реакция обусловлена присутствием в белках пептидных связей, которые в щелочной среде образуют с сульфатом меди (II) окрашенные медные комплексы. Окраска зависит от длины пептидов и белков, их количества и варьирует от сине-фиолетовой до красно-фиолетовой.

Причины ошибок при измерении. Причинами искажения результатов могут быть химические взаимодействия веществ, влияние физических параметров (длина волны, размер кюветы), неправильный выбор приборов.

Влияние рН. Цветность продуктов зачастую зависит от рН. Это объясняется тем, что большинство окрашенных веществ диссоциированы и имеют иной спектр, чем недиссоциированные молекулы, а изменение рН вызывает повышение или понижение степени диссоциации красителя. То есть окрашенное вещество АВ в водном растворе диссоциирует на ионы A^+ и B^- . При этом окраска ионов иная, чем окраска молекулы.

В большинстве случаев с увеличением рН поглощение света сначала увеличивается, а затем начинает уменьшаться, поэтому при колориметрировании большинства соединений точное соблюдение рН среды имеет серьёзное значение, а анализ цветности продуктов обычно проводится при фиксированном значении рН.

Растворы сравнения, применяемые в фотоэлектроколориметрическом анализе, по своему составу должны как можно меньше отличаться от исследуемого раствора.

Точность измерения оптической плотности раствора на разных участках области спектра неодинакова. Выбранная длина волны (диапазон длин волн) должна удовлетворять следующим основным требованиям:

- высокая чувствительность рецептора (глаза, фотоэлемента) к выбранной длине волны;
- хорошая воспроизводимость результатов при небольших отклонениях длины волны поглощаемого света (плоские максимумы на спектрах поглощения);
- соблюдение основного закона светопоглощения.

При использовании колориметров с ограниченным набором светофильтров, особенно когда максимум поглощения раствора не совпадает с максимумом чувствительности используемого фотоэлемента, светофильтр подбирают опытным путём. Для этого измеряют оптическую плотность раствора со всеми светофильтрами. Светофильтр, при котором достигается наибольшая оптическая плотность, наиболее пригоден для фотометрирования данного раствора.

При оценке суммарной ошибки метода необходимо помнить, что при слишком большом разбавлении раствора появляется дополнительная неточность, связанная с измерением концентрации.

Частой причиной ошибок при измерении цветности является наличие взвеси в исследуемом растворе или в воде, находящейся в кювете сравнения. Поэтому перед колориметрированием растворы предварительно фильтруют. При проведении фильтрации первые порции фильтрата следует отбрасывать.

Измерение проводят при комнатной температуре в пределах 15–25 °С. Фильтрованию можно подвергать и тёплые растворы при условии, что их температура не превышает 60 °С, поскольку при более высоких температурах по истечении некоторого времени цветность может увеличиться.

Для определения концентраций окрашенных растворов по поглощению света этими растворами используют фотоэлектрокolorиметр (ФЭК). Действие колориметра основано на свойстве окрашенных растворов поглощать проходящий через них свет тем сильнее, чем выше в них концентрация окрашивающего вещества. Применение различных светофильтров с узкими спектральными диапазонами пропускаемого света позволяет определять по отдельности концентрации разных компонентов одного и того же раствора.

Колориметры разделяются на визуальные и объективные (фотоэлектрические) – фотоколориметры (рисунок 7.2). В визуальных колориметрах свет, проходящий через измеряемый раствор, освещает одну часть поля зрения, в то время как на другую часть падает свет, прошедший через раствор того же вещества, концентрация которого известна. Изменяя толщину слоя одного из сравниваемых растворов или интенсивность светового потока, наблюдатель добивается, чтобы цветовые тона двух частей поля зрения были неотличимы на глаз, после чего по известным соотношениям может быть определена концентрация исследуемого раствора.

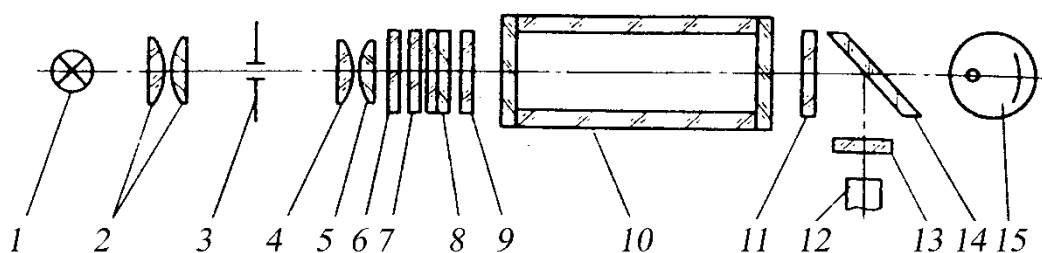


Рисунок 7.2. Оптическая схема фотоэлектрического концентрационного колориметра: 1 – лампа; 2 – конденсор; 3 – диафрагма; 4, 5 – объектив; 6, 7, 8, 13 – светофильтры; 9, 11 – защитные стёкла; 10 – кювета с раствором; 12 – фотодиод; 14 – пластина для разделения светового пучка; 15 – фотоэлемент

Нить лампы 1 конденсором 2 фокусируется в плоскости диафрагмы 3. Полученное изображение объективом 4,5 переносится в плоскость, отстоящую от него на расстоянии 300 мм с увеличением в 10 раз. После конденсора световой пучок проходит теплозащитный 6, нейтральный 7, цветной 8 светофильтры, защитное стекло 9, кювету 10 с раствором (сравнения или исследуемым), защитное стекло 11 и попадает на пластину 14.

Фотоэлектрические колориметры (фотоколориметры) обеспечивают большую точность измерений, чем визуальные; в качестве приёмников излучения в них используются фотоэлементы (селеновые и вакуумные), фотоэлектронные умножители, фоторезисторы и фотодиоды. Сила фототока приемников определяется интенсивностью падающего на них света и, следовательно, степенью его поглощения в растворе (тем большей, чем выше концентрация).

Чувствительность и точность фотометрических измерений повышается при пропускании через исследуемый раствор света с возможно узкой областью

спектра (монохроматического). С этой целью применяют светофильтры, пропускающие ту часть спектра, которая максимально поглощается данным окрашенным раствором. Пластина 14 делит световой пучок на два: один пучок (90 % света) проходит дальше и попадает на фотоэлемент 15, вторая часть пучка света (10 %) преломляется и направляется на фотодиод 12. Фотоэлемент работает в области спектра 315–540 нм, фотодиод – в области спектра 590–980 нм.

Вопросы для самопроверки

1. Какие методы называют колориметрическими? Как они классифицируются?
2. Что такое цвет? цветность?
3. Каковы причины ошибок при измерении колориметрическими методами?
4. В чем сущность биуретовой реакции?
5. Опишите принцип работы фотоэлектроколориметра.
6. Как осуществить разделение водо-, соле- и щелочерастворимых белков?
7. Для чего используют растворы сравнения (контрольные растворы)?

Приложения

Приложение А

Задачи на способы выражения концентрации растворов

Номер варианта	Задачи
1	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 50 г 0,5%-ного раствора? 2. Какой объем воды надо прилить к 0,5 г сахара, чтобы получить 1%-ный раствор? 3. Смешали 2 г соли и 140 мл воды. Какова массовая доля соли в полученном растворе? 4. К 140 г 15%-ного раствора сахара долили 160 мл воды. Каково процентное содержание сахара во вновь полученном растворе? 5. Смешали 50 г 5%-ного раствора серной кислоты с 80 г 20%-ного раствора серной кислоты. Каково процентное содержание серной кислоты во вновь полученном растворе? 6. Определить молярную концентрацию раствора серной кислоты, полученного при смешивании 25 мл 10-молярного раствора серной кислоты и 225 мл воды. 7. Сколько граммов 20%-ного и 50%-ного раствора сахара надо взять, чтобы получить 150 г 30%-ного раствора сахара?
2	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 70 г 2%-ного раствора? 2. Какую массу соли надо прибавить к 120 мл воды, чтобы получить 1%-ный раствор? 3. Смешали гидроксид натрия в количестве 1 моль и 1 л воды. Какова массовая доля гидроксида натрия в полученном растворе? 4. К 120 г 1%-ного раствора сахара долили 4 г сахара. Каково процентное содержание сахара во вновь полученном растворе? 5. Смешали 60 г 2%-ного раствора поваренной соли с 80 г 4%-ого раствора поваренной соли. Каково процентное содержание поваренной соли во вновь полученном растворе? 6. Какой объем 36,5%-ного раствора соляной кислоты плотностью 1,18 г/мл необходимо взять для приготовления 1000 мл 0,1-молярного раствора? 7. Какой объем 15%-ного раствора гидроксида натрия плотностью 1,16 г/мл можно приготовить из 2 л 33%-ного раствора плотностью 1,36 г/мл?
3	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 80 г 0,2%-ного раствора? 2. Какой объем воды надо прилить к 8 г соли, чтобы получить 2%-ный раствор? 3. Смешали 2 г соли и 140 мл воды. Какова массовая доля соли в полученном растворе? 4. К 200 г 40%-ного раствора уксусной кислоты долили 300 мл воды. Каково процентное содержание уксусной кислоты во вновь полученном растворе? 5. Какова массовая доля нитрата натрия в растворе, полученном после смешивания 90 г 2%-ного раствора и 110 г 5%-ного раствора нитрата натрия. 6. Определить массовую долю раствора азотной кислоты в 4,97-молярном растворе плотностью 1,16 г/мл. 7. При упаривании 76,336 л 25%-ного раствора гидроксида натрия плотностью 1,31 г/мл получено 70 кг раствора. Какова массовая доля гидроксида натрия в оставшемся растворе?

Продолжение приложения А

4	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 60 г раствора с массовой долей соли 0,002? 2. Какую массу соли надо прибавить к 200 мл воды, чтобы получить 3%-ный раствор? 3. Смешали 20 г сахара и 250 мл воды. Какова массовая доля сахара в полученном растворе? 4. К 80 г 30%-ного раствора щелочи долили 420 мл воды. Каково процентное содержание щелочи во вновь полученном растворе? 5. Смешали 20 г 0,5%-ного раствора сахара с 20 г 1%-ного раствора сахара. Какова массовая доля сахара во вновь полученном растворе? 6. Определить молярную концентрацию 56,68%-ного раствора азотной кислоты, плотность которого равна 1,356 г/мл. 7. Определить массу воды, в которой нужно растворить 44,8 л хлороводорода (н.у.), чтобы получить 14,6%-ный раствор соляной кислоты.
5	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 70 г массовой долей соли 0,01? 2. Какой объем воды надо прилить к 5 г сахара, чтобы получить 1%-ный раствор? 3. Смешали нитрат натрия в количестве 0,1 моль с 0,5 л воды. Какова массовая доля нитрата натрия в полученном растворе? 4. К 120 г 1%-ного раствора сахара добавили 4 г сахара. Каково процентное содержание сахара во вновь полученном растворе? 5. Смешали 140 г 0,5%-ного раствора соляной кислоты с 200 г 3%-ного раствора соляной кислоты. Каково процентное содержание соляной кислоты во вновь полученном растворе? 6. Определить молярную концентрацию 73,8%-ного раствора серной кислоты плотностью 1,655 г/мл. 7. Определить массовую долю бромоводорода в растворе, полученном при растворении 280 л (н.у.) бромоводорода в 1 л воды.
6	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 90 г с массовой долей соли 0,06? 2. Какой объем воды надо прилить к 0,8 г соли, чтобы получить 2%-ный раствор? 3. Смешали 0,5 г соли и 300 мл воды. Какова массовая доля соли в полученном растворе? 4. К 90 г 6%-ного раствора сахара долили 200 мл воды. Каково процентное содержание сахара во вновь полученном растворе? 5. Смешали 70 г 10%-ного раствора азотной кислоты с 80 г 25%-ного раствора азотной кислоты. Каково процентное содержание азотной кислоты во вновь полученном растворе? 6. Определить молярную концентрацию 16%-ного раствора сульфата меди II плотностью 1,18 г/мл. 7. Сколько граммов 10%-ного и 35%-ного раствора соляной кислоты надо взять, чтобы получить 300 г 20%-ного раствора?
7	<ol style="list-style-type: none"> 1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 150 г раствора с массовой долей соли 0,004? 2. Какую массу соли надо добавить к 2 л воды, чтобы получить 3%-ный раствор? 3. Смешали 5 г соли и 150 мл воды. Какова массовая доля соли в полученном растворе?

	<p>4. К 200 г 40%-ного раствора серной кислоты долили 80 мл воды. Каково процентное содержание серной кислоты во вновь полученном растворе?</p> <p>5. Смешали 20 г 0,5%-ного раствора сахара с 20 г 1%-ного раствора сахара. Каково процентное содержание сахара во вновь полученном растворе?</p> <p>6. Определить молярную концентрацию 10%-ного раствора серной кислоты плотностью 1,07 г/мл.</p> <p>7. Как получить 15%-ный раствор сахара из 4%-ного и 30%-ного раствора?</p>
8	<p>1. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 140 г с массовой долей соли 0,03?</p> <p>2. Какую массу соли надо добавить к 120 мл воды, чтобы получить 2%-ный раствор?</p> <p>3. Смешали 0,4 г соли и 200 мл воды. Какова массовая доля соли в полученном растворе?</p> <p>4. К 150 г 20%-ного раствора соляной кислоты долили 200 мл воды. Каково процентное содержание соляной кислоты во вновь полученном растворе?</p> <p>5. Смешали 50 г 5%-ного раствора серной кислоты с 80 г 20%-ного раствора серной кислоты. Каково процентное содержание серной кислоты во вновь полученном растворе?</p> <p>6. Определить молярную концентрацию 18%-ного раствора соляной кислоты плотностью 1,089 г/мл.</p> <p>7. Как получить 5%-ный раствор гидроксида натрия из 2%-ного и 10%-ого раствора?</p>
9	<p>1. Какую массу соли надо прибавить к 120 мл воды, чтобы получить 1%-ный раствор?</p> <p>2. Какой объем 15%-ного раствора гидроксида натрия плотностью 1,16 г/мл можно приготовить из 2 л 33%-ного раствора плотностью 1,36 г/мл?</p> <p>3. При упаривании 76,336 л 28,5%-ного раствора гидроксида натрия плотностью 1,31 г/мл получено 70 кг раствора. Какова массовая доля гидроксида натрия в оставшемся растворе?</p> <p>4. Определить молярную концентрацию раствора серной кислоты, полученного при смешивании 25 мл 10-молярного раствора серной кислоты и 225 мл воды.</p> <p>5. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 80 г 0,2%-ного раствора?</p> <p>6. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 90 г с массовой долей соли 0,06?</p> <p>7. Смешали 140 г 0,5%-ного раствора соляной кислоты с 200 г 3%-ного раствора соляной кислоты. Каково процентное содержание соляной кислоты во вновь полученном растворе?</p>
10	<p>1. Смешали 20 г сахара и 250 мл воды. Какова массовая доля сахара в полученном растворе?</p> <p>2. Какой объем воды надо прилить к 5 г сахара, чтобы получить 1%-ный раствор?</p> <p>3. К 90 г 6%-ного раствора сахара долили 200 мл воды. Каково процентное содержание сахара во вновь полученном растворе?</p> <p>4. Сколько граммов 10%-ного и 35%-ного раствора соляной кислоты надо взять, чтобы получить 300 г 20%-ного раствора?</p> <p>5. Какую массу поваренной соли и объем воды надо взять для приготовления 150 г раствора с массовой долей соли 0,004?</p> <p>6. Смешали 5 г соли и 150 мл воды. Какова массовая доля соли в полученном растворе?</p> <p>7. Как получить 5%-ный раствор гидроксида натрия из 2%-ного и 10%-ного раствора?</p>

Коэффициент доверия (коэффициент Стьюдента)

Число измерений	Надежность, α					
	0,5	0,9	0,95	0,98	0,99	0,999
n						
2	1	6,3	12,7	31,8	63,7	636,6
3	0,82	2,9	4,3	7,0	9,9	31,6
4	0,77	2,4	3,2	4,5	5,8	12,9
5	0,74	2,1	2,8	3,7	4,6	8,6
6	0,73	2,0	2,6	3,4	4,0	6,9
7	0,72	1,9	2,4	3,1	3,7	6,0
8	0,71	1,9	2,4	3,0	3,5	5,4
9	0,71	1,9	2,3	2,9	3,4	5,0
10	0,70	1,8	2,3	2,8	3,2	4,8
20	0,69	1,7	2,1	2,5	2,8	3,8
Более 20	0,67	1,6	2,0	2,5	2,8	3,3

Отбор промахов по критерию Шовене

<i>Z</i>	<i>M</i>	<i>Z</i>	<i>M</i>	<i>Z</i>	<i>M</i>	<i>Z</i>	<i>M</i>	<i>Z</i>	<i>M</i>
1,00	2	1,40	3	1,80	7	2,20	18	2,60	54
1,02	2	1,42	3	1,82	7	2,22	19	2,62	57
1,04	2	1,44	3	1,84	8	2,24	20	2,64	60
1,06	2	1,46	3	1,86	8	2,26	21	2,66	64
1,08	2	1,48	4	1,88	8	2,28	22	2,68	68
1,10	2	1,50	4	1,90	9	2,30	23	2,70	72
1,12	2	1,52	4	1,92	9	2,32	25	2,72	77
1,14	2	1,54	4	1,94	10	2,34	26	2,74	81
1,16	2	1,56	4	1,96	10	2,36	27	2,76	87
1,18	2	1,58	4	1,98	10	2,38	29	2,78	92
1,20	2	1,60	5	2,00	11	2,40	30	2,80	98
1,22	2	1,62	5	2,02	12	2,42	32	2,82	104
1,24	2	1,64	5	2,04	12	2,44	34	2,84	111
1,26	2	1,66	5	2,06	13	2,46	36	2,86	118
1,28	2	1,68	5	2,08	13	2,48	38	2,88	126
1,30	3	1,70	6	2,10	14	2,50	40	2,90	134
1,32	3	1,72	6	2,12	15	2,52	43	2,92	143
1,34	3	1,74	6	2,14	16	2,54	45	2,94	152
1,36	3	1,76	6	2,16	16	2,56	48	2,96	163
1,38	3	1,78	7	2,18	17	2,58	51	2,98	173

Акт отбора проб (образец)

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(штамп организации, осуществляющей отбор проб)

адрес: _____

телефон: _____ факс: _____ электронная почта _____

А К Т**отбора проб продукции**

№ 00-00- / _____ от " _____ " _____ 20 ____ г.

Город (район, населенный пункт) _____

Место отбора проб _____

(наименование и адрес предприятия, хранилища (склада) или номер транспортного средства, его местонахождение)

Мною (нами), _____
(представитель (ли) органа Роспотребнадзора; ФИО)в присутствии _____
(указать должность, ФИО производителя, поставщика продукции или его представителя)проведен осмотр _____
(указать наименование продукции)Размер партии: _____, дата поступления _____,
(масса нетто или количество единиц)

Сопроводительные документы: (ненужное зачеркнуть)

Санитарно-эпидемиологическое заключение № _____ от _____,

Декларация изготовителя о качестве и безопасности № _____ от _____,
(для продукции импортного происхождения)Товарно-транспортная накладная № _____ от _____,
отсутствие документов _____

(указать каких)

Продукция изготовлена _____
(страна происхождения, наименование изготовителя, номер завода, дата изготовления)

срок годности _____

Результат осмотра продукции _____

Цель проведения лабораторных исследований продукции: _____

(в порядке планового контроля и надзора; подозрение на опасность в санитарном отношении; получение информации о несоответствии; нарушение условий хранения и транспортировки)

Пробы отобраны в _____ ч _____ мин согласно _____
(указать наименование документа)

в количестве _____, пронумерованы и опломбированы (опечатаны)

_____ (указать номер пломбы, номер сейф-пакета)

направляются в _____

_____ (указать наименование лаборатории)

для _____

_____ (указать перечень показателей, по которым необходимо провести исследования)

_____ (Отметка о порядке хранения или обращения продукции)

Подпись представителя(ей), осуществлявшего(их) отбор проб

_____ (подпись)

_____ (ФИО)

_____ (подпись)

_____ (ФИО)

Подпись производителя/поставщика продукции или его представителя:

_____ (подпись)

_____ (ФИО)

Отметки о сопроводительных документах, направляемых с пробами:

_____ (учреждение получатель проб, номер и дата сопроводительного документа)

Дата отправки проб _____, время: _____ ч _____ мин

Способ отправки (доставки) проб:

Отметка о месте хранения контрольной пробы _____

Представитель организации, осуществлявшей отpravку, доставку проб в лабораторию

_____ (подпись)

_____ (ФИО)

Настоящий акт составлен в трёх экземплярах под одним номером и вручен (направлен):

1-й экземпляр предназначен для отправки в лабораторию

2-й экземпляр хранится у специалиста (в организации), осуществлявшего отбор проб;

3-й экземпляр предоставлен производителю/поставщику продукции или его представителю.

Таблица П.Д.1 – Коэффициенты значимости органолептических показателей рыбы холодного копчения

Показатели	Коэффициент значимости
Цвет поверхности	0,10
Консистенция	0,09
Запах (аромат копчения)	0,45
Вкус	0,25
Внешний вид	0,11

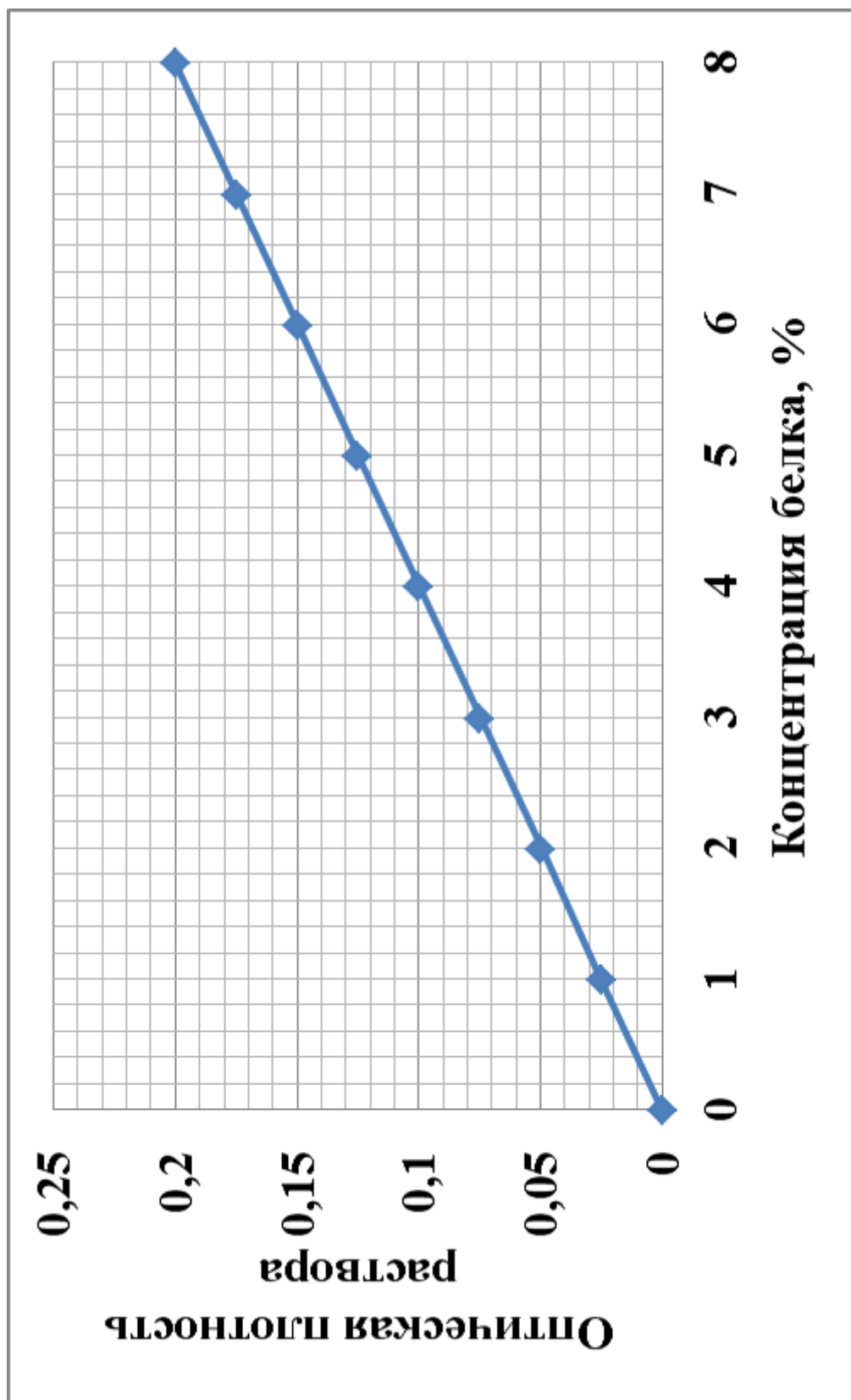
Таблица П.Д.2 – Коэффициенты значимости органолептических показателей сметаны

Показатели	Коэффициент значимости
Цвет	0,12
Консистенция	0,3
Запах	0,2
Вкус	0,29
Внешний вид	0,09

Таблица П.Д.3 – Коэффициенты значимости органолептических показателей колбасы вареной

Показатели	Коэффициент значимости
Цвет на разрезе	0,16
Консистенция, сочность	0,12
Запах	0,18
Вкус	0,17
Внешний вид, форма и вязка батонов	0,37

Калибровочная кривая для определения количества белка по биуретовой реакции



Классификация реактивов

Обозначение	Квалификация	Процентное содержание основного химического вещества	Характеристика
«тех.»	Технический	Менее 95 %	Низшая квалификация реактива. Цвет полосы на упаковке – светло-коричневый
«ч.» «pur.»	Чистый Purum	Более 98 %	Такие реактивы содержат всего 0,1 % примесей. Цвет полосы на упаковке - зелёный
«ч.д.а.» «р.а.»	Чистый для анализа Pro Analysisi	99 %	Эта квалификация характеризует аналитическое применение реактива. Цвет полосы на упаковке – синий.
«х.ч.» «puriss.»	Химически чистый Purissimum	99,9 %	Высшая степень чистоты химического реактива. Вещество не должно иметь посторонних запахов и окраски и по внешнему виду должно соответствовать литературному описанию. Цвет полосы на упаковке – красный
«сп.ч.»	Спектрально чистый	Более 99,9 %	Предназначены лишь для специальных целей, когда даже миллионные доли процента примеси являются совершенно недопустимыми
«осч» «puriss. spec.»	Особо чистый Purissimum speciale	Более 99,9 %	Минимальное содержание отдельных примесей (от 0,00001 до 0,0000000001%) и максимально допустимая сумма определяемых примесей. Цвет полосы на упаковке ОСЧ реактивов – жёлтый

Правила обращения с реактивами

По своему назначению реактивы могут быть разделены на две основные группы: общеупотребительные и специальные.

Общеупотребительные реактивы имеются в любой лаборатории, и к ним относится сравнительно небольшая группа химических веществ: кислоты (соляная, азотная и серная), щелочи (раствор аммиака, едкие натрий и калий), окиси кальция и бария, ряд солей, преимущественно неорганических, индикаторы (фенолфталеин, метиловый оранжевый). Специальные реактивы применяются только для определенных работ.

Твердые реактивы при хранении в банках могут слежаться в плотные комки, которые трудно извлекать. Поэтому прежде чем брать твердый реактив из банки, нужно (при закрытой пробке) потрясти банку, ударяя ее, например, ладонью по боку. Если слежавшийся реактив при этом не рассыпается, тогда, открыв пробку, разрыхляют верхний слой при помощи чистого рогового или фарфорового шпателя или стеклянной палочки. Металлический шпатель применять для этой цели не рекомендуется. Перед взятием реактива из банки нужно осмотреть ее горло и удалить с него все, что может попасть в пересыпаемое вещество и загрязнить его (пыль, парафин, всякие замазки).

Просыпавшийся на стол реактив (неизбежно при этом загрязняющийся) нельзя высыпать обратно в ту же банку, где он хранится. Забота о сохранении чистоты реактивов – самое главное правило при работе с ними.

Необходимо следить, чтобы на всех банках с реактивами обязательно были или этикетки с обозначением, что находится в банке, или надписи, сделанные восковым карандашом для стекла. Место, на котором будет надпись, нужно слегка подогреть хотя бы ладонью руки. По нагретому месту восковой карандаш пишет легче и надпись получается заметнее. Если на банке с реактивом нет этикетки или надписи, такой реактив применять нельзя.

При взвешивании сухих реактивов нельзя насыпать их прямо на чашку весов, так как при этом возможна порча весов.

Нельзя совместно хранить реактивы, способные при взаимодействии возгораться или выделять большое количество тепла.

Не следует путать пробки от склянок, содержащих разные реактивы, во избежание загрязнения последних. При переливании жидкостей нужно обязательно пользоваться воронками.

Реактивы, изменяющиеся под действием света, следует хранить только в желтых или темных склянках.

Особую осторожность следует соблюдать при обращении с ядовитыми, огнеопасными или вредными веществами, с концентрированными кислотами и щелочами.

С огнеопасными реактивами следует работать вдали от огня и включенных нагревательных приборов.

Классификация лабораторной посуды

Лабораторная посуда – специальные и специализированные ёмкости различного конструктивного исполнения, объема, и изготавливаемые из разнообразных материалов, устойчивых в агрессивных средах. Лабораторная посуда обладает необходимой термостойкостью, прозрачностью и другими нужными физическими свойствами.

Перед применением лабораторной посуды она должна быть хорошо вымыта. Чистую посуду промывают проточной дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. При необходимости достижения стерильности лабораторную посуду заворачивают в плотную бумагу и стерилизуют в автоклаве при температуре 120 °С 20–30 мин.

Применяемая в лабораториях химическая посуда может быть разделена на ряд групп. По назначению посуду можно разделить на посуду общего назначения, специального назначения и мерную. По материалу – на посуду из простого стекла, специального стекла, из кварца.

К группе общего назначения относятся те предметы, которые всегда должны быть в лаборатории и без которых нельзя провести большинство работ. Такими являются: пробирки, воронки простые и делительные, стаканы, плоскодонные колбы, кристаллизаторы, конические колбы (Эрленмейера), колбы Бунзена, холодильники, реторты, колбы для дистиллированной воды, тройники, краны.

К группе специального назначения относятся те предметы, которые употребляются для одной какой-либо цели, например: аппарат Киппа, аппарат Сокслета, прибор Кьельдаля, пикнометры, ареометры, склянки Дрекслея, круглодонные колбы, специальные холодильники.

К мерной посуде относятся: мерные цилиндры и мензурки, пипетки, бюретки и мерные колбы.

Химические стаканы представляют собой тонкостенные цилиндры различной емкости. Они бывают двух видов: с носиками и без носиков. Так же как и другую стеклянную химическую посуду, стаканы делают и из тугоплавкого, и из химически стойкого стекла.

Нагревать стаканы из обычного стекла на голом пламени нельзя – от этого они лопаются. Нагревание следует проводить только через асбестированную сетку или на водяной либо другой бане.

Плоскодонные колбы бывают самой разнообразной емкости, начиная от 50 мл и до нескольких литров, со шлифом и без шлифа на горле. Их изготавливают из обычного, а также из кварцевого и специальных сортов стекла.

Промывалки. Для промывания осадков дистиллированной водой или каким-либо раствором, для смывания осадков с фильтров и стенок сосудов применяют так называемые промывалки (рисунок П.И.1). Они служат и для хранения небольших количеств дистиллированной воды.

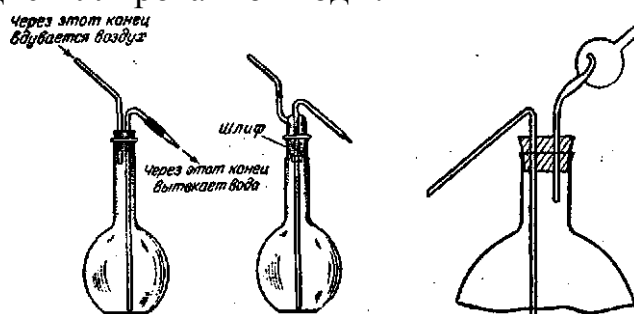


Рисунок П.И.1. Промывалки

При работе конец короткой трубки, изогнутой под тупым углом, берут в рот и, вдувая в колбу воздух, получают из другой трубки струю воды, которую направляют, например, на стенку воронки, чтобы смыть осадок в нижнюю часть фильтра. Сливная трубка промывалки должна быть заполнена водой полностью, чтобы в ней не было пузырьков воздуха. Если они имеются, жидкость при выливании ее из промывалки может разбрызгиваться. Для удаления пузырьков осторожно вдувают воздух в промывалку, чтобы пузырьки медленно выходили.

Недостатком обыкновенных промывалок является то, что при работе с летучими или ядовитыми веществами или растворами газов, а также с горячей водой не исключена возможность попадания паров или газов в рот.

При нагревании воды в промывалке колба должна быть открыта так, как показано на рисунке П.И.2. Если колба закрыта, то при вскипании воды паром может выбросить пробку или же кипящая жидкость начнет выдавливаться через сливную трубку и может обжечь работающего. Иногда внутри плотно закрытой колбы развивается такое давление, что ее может разорвать.

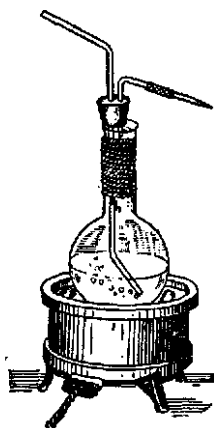


Рисунок П.И.2. Нагревание воды в промывалке

Конические колбы (Эрленмейера) находят широкое применение при аналитических работах (титрование). Они бывают различной емкости, с носиками и без носиков, узкогорлые и широкогорлые (рисунок П.И.3). Конические колбы, снабженные притертой пробкой, называют «колбами для определения йодного числа». Их применяют также при титрованиях по методу иодометрии. Нагревать колбы следует только через асбестированную сетку или на бане.



Рисунок П.И.3. Конические колбы

Реторты (рисунок П.И.4) бывают двух видов: без тубуса и с тубусом. Последний – с притертой пробкой или без нее.



Рисунок П.И.4. Реторты

Прямые холодильники (Либиха). Холодильники – приборы, применяемые для охлаждения и конденсации паров (рисунок П.И.5), состоят из длинной стеклянной трубки (форштоса), один конец которой расширен. Эту трубку пропускают через стеклянную или металлическую рубашку, или муфту, и закрепляют отрезками резиновой трубки, насаженными на концы муфты.

На концах муфты (перпендикулярно к ее оси) расположено по одному отводу; на них надевают резиновые трубки, одну из которых, находящуюся около узкого конца форштоса, соединяют с водопроводным краном, а другую отводят в сточную трубу. При таком присоединении трубок вода в холодильнике движется навстречу парам охлаждаемой жидкости.

Присоединяя холодильник, необходимо соблюдать следующее правило; вода должна поступать в холодильник всегда с нижнего опущенного конца и выходить из верхнего приподнятого. Холодильная рубашка (муфта) должна быть всегда заполнена водой. Иначе при продолжительной перегонке холодильная трубка сильно нагреется и на границе с уровнем воды может лопнуть.

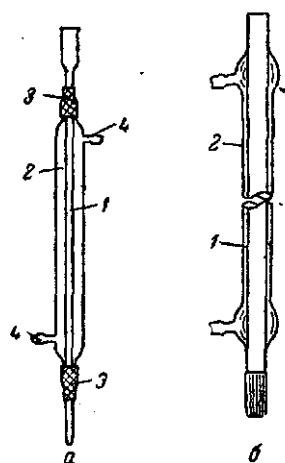


Рисунок П.И.5. Прямые холодильники (Либиха): а – с резиновыми муфтами; б – со шлифом; 1 – форштос; 2 – рубашка; 3 – соединительные резиновые трубки (муфты); 4 – отростки

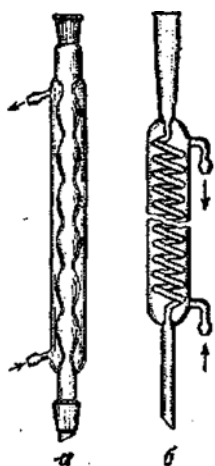


Рисунок П.И.6. Обратные холодильники: а – шариковый (Аллина); б –змеевиковый

Перегонять жидкость, применяя холодильник Либиха, можно, только когда температура ее паров не превышает 150°C . Обратные холодильники могут быть шариковыми (*холодильники Аллина*), змеевиковыми (рисунок П.И.6). У шариковых холодильников трубка состоит из шарообразных расширений, а у змеевиковых свернута в виде спирали. Такая форма трубки увеличивает поверхность охлаждения, и при этом происходит более полная конденсация паров.

Холодильник Аллина устанавливают только в вертикальном положении, но не в наклонном, так как в последнем случае в шариках будет собираться сконденсированная жидкость, мешающая правильному отбору фракций.

Посуда специального назначения

Круглодонные колбы (рисунок П.И.7) изготавливают из обыкновенного и из специального стекла. Все, что сказано об обращении с плоскодонными колбами, относится и к круглодонным. Некоторые круглодонные колбы имеют короткое, но широкое горло.

Для нагревания круглодонных колб на голом пламени применяют асбестированные сетки с полушаровидным углублением.

Круглодонные колбы, так же как и плоскодонные, бывают самой разнообразной емкости; со шлифом на горле и без него.

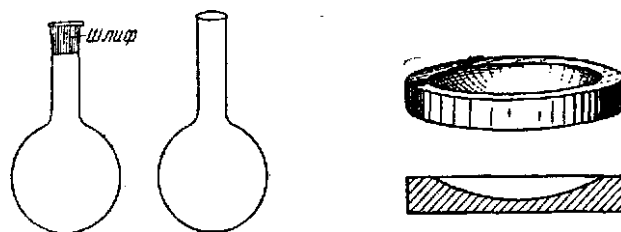


Рисунок П.И.7. Круглодонные колбы. Подставка для круглодонных колб

Круглодонные колбы удобно ставить в подставки в виде колец разного диаметра, изготовленные из различных материалов, например, из резины.

Колбы Кьельдаля имеют грушевидную форму и удлиненное горло (рисунок П.И.8), их применяют для определения азота по Кьельдалю; емкость их обычно от 300 до 800 мл. Такие колбы изготавливают из тугоплавкого и термостойкого стекла типа пирекс.

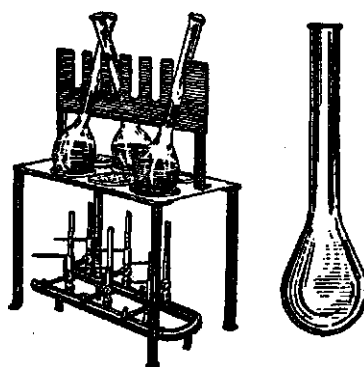


Рисунок П.И.8. Колба Кьельдаля и установка для нагревания таких колб

Колбы для дистилляции. Для перегонки жидкостей применяют специальные колбы, например колбы Вюрца, Клайзена, Арбузова и др. Наиболее распространены колбы Вюрца (рисунок П.И.9) емкостью от 50 мл до 1–2 л; они представля-

ют собой круглодонные колбы с длинным горлом, от которого отходит под углом длинная узкая отводная трубка.

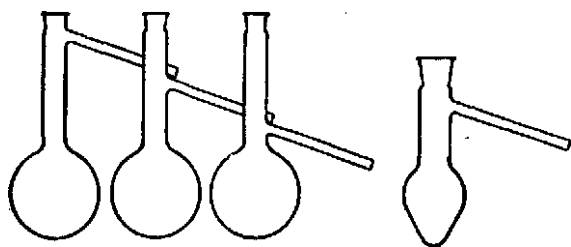


Рисунок П.И.9. Колбы Вюрца

Эта трубка может быть расположена на различном расстоянии от шара колбы. Колбы Вюрца, имеющие пароотводную трубку, расположенную близко к шару, предназначены для перегонки веществ с низкой температурой кипения. Колбы с пароотводной трубкой, расположенной на середине горла, применяются для перегонки веществ со средней температурой кипения. Высококипящие жидкости перегоняют в колбах Вюрца, пароотводная трубка которых расположена ближе к открытому концу горла.

Эксикаторы – приборы, применяемые для медленного высушивания и для сохранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. Эксикаторы закрывают стеклянными крышками, края которых притерты к верхней части цилиндра. Различают два основных типа эксикаторов: обыкновенные и вакуум-эксикаторы (рисунок П.И.10). Последние имеют отверстие, в которое на резиновой пробке вставляют трубку с краном или же в крышке имеется тубус с притертой пробкой, к которой припаяна стеклянная трубка с краном; это дает возможность соединять эксикатор с вакуум-насосом и, создавая внутри эксикатора уменьшенное давление, вести высушивание под вакуумом. Впускать воздух в вакуум-эксикатор нужно очень осторожно, так как струя врывающегося воздуха может разбросать высушиваемое вещество. Поэтому впускной кран нужно поворачивать очень медленно и поднимать крышку только через несколько минут после того, как впускной кран будет приоткрыт.

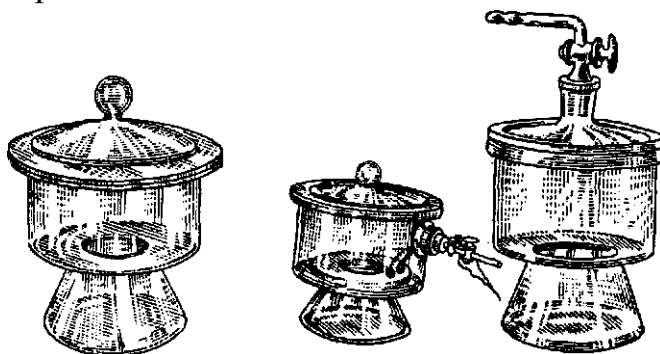


Рисунок П.И.10. Эксикатор. Вакуум-эксикаторы

Внутри эксикатора, на дно цилиндра, над конусообразной частью, обычно кладут фарфоровую вкладку (рисунок П.И.11). Эксикаторы очень часто приходится переносить с места на место, и при этом нередки случаи, когда крышка соскальзывает и разбивается. Поэтому при переноске эксикатора обязательно нужно придерживать крышку (рисунок П.И.12).



Рисунок П.И.11. Фарфоровые вкладки для эксикаторов

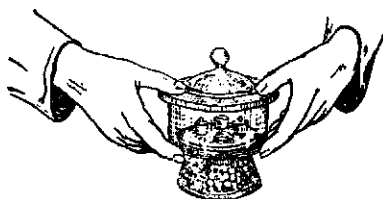


Рисунок П.И.12. Положение рук при переноске эксикатора

Если в эксикатор ставят горячие тигли, то вследствие нагревания воздуха крышка иногда приподнимается, при этом она может соскользнуть и разбиться. Поэтому, поместив горячий тигель в эксикатор и накрыв его крышкой, ее некоторое время притирают, т. е. двигают вправо и влево. При остывании тигля внутри эксикатора создается небольшой вакуум и крышка держится очень плотно. Чтобы открыть эксикатор, нужно не поднимать крышку, а сначала сдвинуть ее в сторону, после чего она легко снимается (рисунок П.И.13).

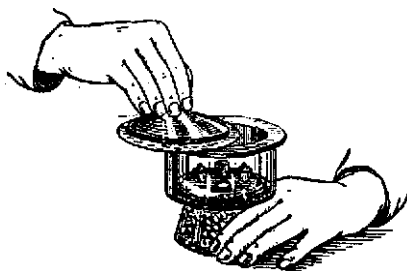


Рисунок П.И.13. Открывание эксикатора

В качестве водопоглощающих средств для снаряжения эксикаторов применяют различные поглотители (хлористый кальций прокаленный в виде кусков; силикагель и окись алюминия (безводный)).

Каплеуловители – стеклянные приборы, применяемые при некоторых исследованиях и анализах. Они предназначены для улавливания капель, уносимых парами кипящей жидкости, или для улавливания воды при определении содержания ее аппаратом Дина и Старка (рисунок П.И.14).

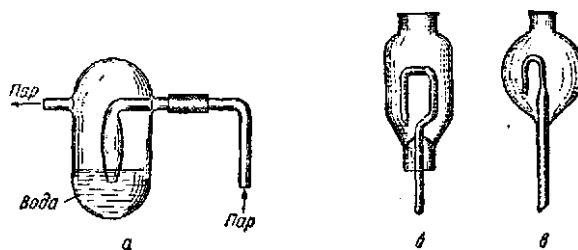


Рисунок П.И.14. Каплеуловители с водяным затвором: а – обыкновенный; б – по Ульшу; в – насадка Конта-Геккеля

Мерной называют посуду, применяемую для измерения объема жидкости.

Мерные цилиндры – стеклянные толстостенные сосуды с нанесенными на наружной стенке делениями, указывающими объем в миллилитрах (рисунок П.И.15, а, б). Они бывают самой разнообразной емкости: от 5–10 мл до 1 л и больше. Чтобы отмерить нужный объем жидкости, ее наливают в мерный цилиндр до тех пор, пока нижний мениск не достигнет уровня нужного деления.

Иногда встречаются цилиндры, снабженные притертыми пробками. Обычно их применяют только лишь при специальных работах.

Кроме цилиндров, для той же цели употребляют мензурки (рисунок П.И.15, в). Это сосуды конической формы, на стенке которых имеются деления. Они очень удобны для отстаивания мутных жидкостей, когда осадок собирается в нижней, суженной части мензурки.

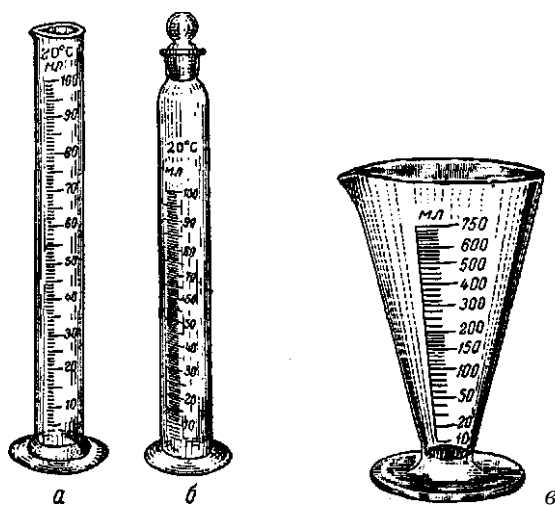


Рисунок П.И.15. Мерные цилиндры: а – обыкновенный; б – с притертой пробкой; в – мензурка

Пипетки для жидкостей (рисунок П.И.16). Пипетки служат для точного отмеривания определенного объема жидкости. Различают пипетки для жидкостей и газовые пипетки.

Обычные пипетки (пипетки Мора) представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с расширением посередине. Нижний конец пипетки слегка оттянут и имеет диаметр около 1 мм. Пипетки бывают емкостью от 1 до 100 мл, в верхней части их имеется метка, до которой набирают жидкости. Широко применяют также градуированные пипетки различной емкости, на наружной стенке которых нанесены деления в 0,1 мл.

Для наполнения пипетки нижний конец ее опускают в жидкость и втягивают последнюю при помощи груши. Жидкость набирают так, чтобы она поднялась на 2–3 см выше метки, затем быстро закрывают верхнее отверстие указательным пальцем правой руки, придерживая в то же время пипетку большим и средним пальцами. Очень полезно указательный палец слегка увлажнить, так как влажный палец более плотно закрывает пипетку. Когда пипетка наполнена, ослабляют нажим указательного пальца, в результате чего жидкость будет медленно вытекать из пипетки; как только нижний мениск жидкости окажется на одном уровне с меткой, палец снова прижимают. Если на конце пипетки после этого будет висеть капля, ее следует осторожно удалить. Введя пипетку в сосуд, отнимают указательный палец и дают жидкости стечь по стенке сосуда. После того как жидкость вытечет, пипетку держат в течение еще 5 с (считая до 5) прислоненной к стенке сосуда, слегка поворачивая вокруг оси, после чего удаляют пипетку, не обращая внимания на оставшуюся в ней жидкость.

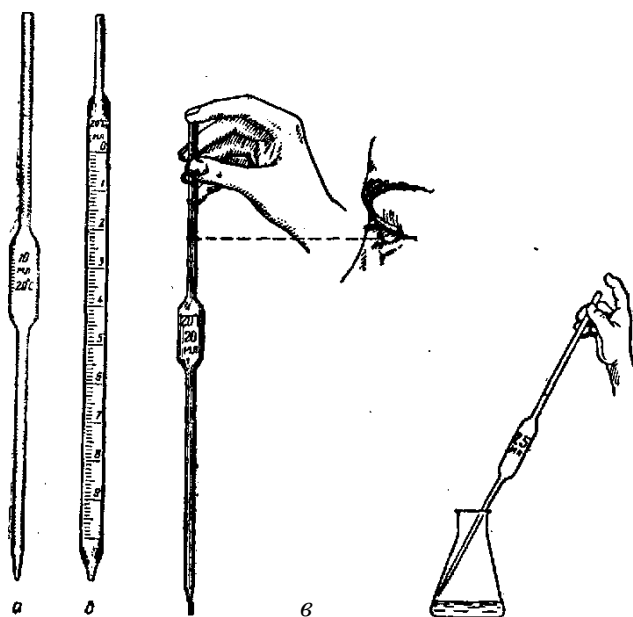


Рисунок П.И.16. Пипетки: а – простая; б – градуированная; в – выливание раствора из пипетки

Очень важно, чтобы раствор стекал именно по стенке конической колбы и не разбрызгивался, так как при этом часть выливаемого раствора может попасть на стенку колбы и при последующем титровании не вступит в реакцию с раствором, выливаемым из бюретки.

Никогда не следует стремиться выгонять остатки жидкости из пипетки выдуванием.

Для отмеривания малых объемов жидкостей применяют микропипетки емкостью 1, 2, 3 и 5 мм. Микропипетки (рисунок П.И.17) часто градуируют, они имеют деления 0,01 мл. Градуированной пипеткой можно отбирать не только один определенный объем жидкости (как обыкновенными пипетками), но любой в пределах ее емкости. Жидкость набирают в пипетку до нужной метки (нижний мениск жидкости находится на уровне последней) и затем выливают ее, как обычно. Пипетки должны быть всегда чисто вымытыми; их следует ставить в особый штатив и закрывать сверху маленькими пробирками или куском чистой фильтровальной бумаги. После работы пипетку ополаскивают несколько раз дистиллированной водой и помещают в стеклянный цилиндр, каждый раз заменяя верхний слой фильтровальной бумаги свежим.

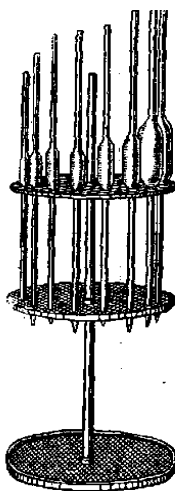


Рисунок П.И.17. Штатив с микропипетками

Обычными пипетками нельзя отмеривать жидкости, вязкость которых заметно отличается от вязкости воды, например, концентрированные кислоты, щелочи и т. п., так как объем отобранной жидкости не будет соответствовать указанному. Для отбора таких жидкостей пользуются специально прокалиброванными пипетками.

При обращении со всеми видами пипеток нужно обязательно придерживаться следующих правил: 1. Пипетка при отборе жидкости всегда должна находиться в строго вертикальном положении. 2. При установке нижнего мениска на

уровне черты глаз наблюдателя должен быть расположен в одной плоскости с меткой (метки на передней и задней стенках должны при этом сливаться в одну).

Бюретки применяют при титровании, для измерения точных объемов. Различают бюретки объемные, весовые, поршневые, микробюретки и газовые.

Объемные бюретки. Это – стеклянные трубки с несколько оттянутым нижним концом или снабженные краном. На наружной стенке по всей длине бюретки нанесены деления в 0,1 мл.

Бюретки бывают двух типов: с притертым краном (б) и бескрановые с оттянутым концом (а), к которому посредством резиновой трубки присоединяют оттянутую в капилляр стеклянную трубку; резиновую трубку зажимают зажимом Мора (рисунок П.И. 18).

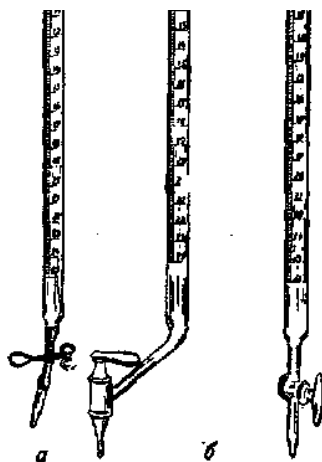


Рисунок П.И.18. Бюретки: а – бескрановые с оттянутым концом; б – с притертым краном

Фарфоровая посуда имеет ряд преимуществ перед стеклянной: она более прочная, не боится сильного нагревания, в нее можно наливать горячие жидкости, не опасаясь за целостность посуды. Недостатком изделий из фарфора является то, что они тяжелы, непрозрачны и значительно дороже стеклянных.

Стаканы – тех же видов и емкостей, что и стеклянные, выпарительные чашки (рисунок П.И.19) широко применяются в лабораториях. Внутри они обязательно покрыты глазурью. Чашки служат для выпаривания разного рода растворов; хотя фарфоровые чашки можно нагревать на голом пламени, однако при выпаривании следует применять асбестированные сетки или водяные бани, так как нагревание в этом случае равномернее.



Рисунок П.И.19. Стаканы и выпарительные чашки

Ступки применяют для размельчения твердых веществ.

Тигли (рисунок П.И.20) – фарфоровые сосуды с фарфоровыми крышками. В тиглях прокаливают разного рода вещества, сжигают органические соединения при определении зольности и т. д. В большинстве случаев нагревание тиглей проводят прямо на горелке без применения асбестированных сеток или бань. В большинстве случаев работы с тиглем последний должен быть закрыт крышкой на все время работы. Для наблюдения за ходом прокаливания или сжигания крышку периодически снимают при помощи тигельных щипцов или пинцета. После окончания прокаливания или сжигания горелку отставляют или гасят, дают тиглю остыть некоторое время, а затем помещают его в эксикатор.

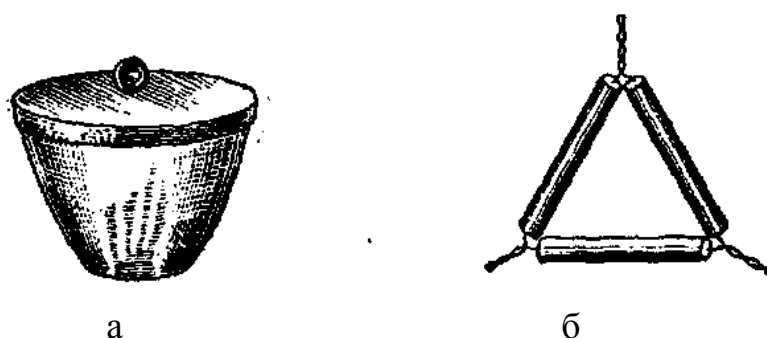


Рисунок П.И.20. Фарфоровый тигель (а). Фарфоровый треугольник для тиглей (б)

Фарфоровые тигли можно нагревать до температуры не выше 1200°C в муфельной печи.

Для получения правильных результатов анализа очень важным является продолжительность охлаждения фарфоровых тиглей в эксикаторе. Охлаждение их до момента взвешивания должно проводиться не менее 2 ч, так как при меньшем охлаждении возникает ошибка измерения.

Ложки-шпатели (рисунок П.И.21) применяют в химических лабораториях для отбора вещества, для снятия осадков с фильтров.



Рисунок П.И.21. Фарфоровая ложка-шпатель (а). Фарфоровая лодочка для прокаливания (б)

В лабораториях широко применяют разнообразное металлическое оборудование, преимущественно стальное.

Штатив представляет собой стальной стержень, укрепленный на тяжелой стальной подставке, чаще всего имеющей форму четырехугольника. Обычно стержень укрепляют почти у самого края меньшей стороны подставки (рисунок П.И. 22). Штативы служат для закрепления на них всякого рода приборов. Внутренняя часть губ лапок обычно покрыта пробкой, чтобы при зажимании не раздавить стекла; если же пробковая прослойка отсутствует, на губы лапки необходимо натянуть куски резиновой трубки. Кольца служат для помещения на нужной высоте колб, стаканов и других приборов.

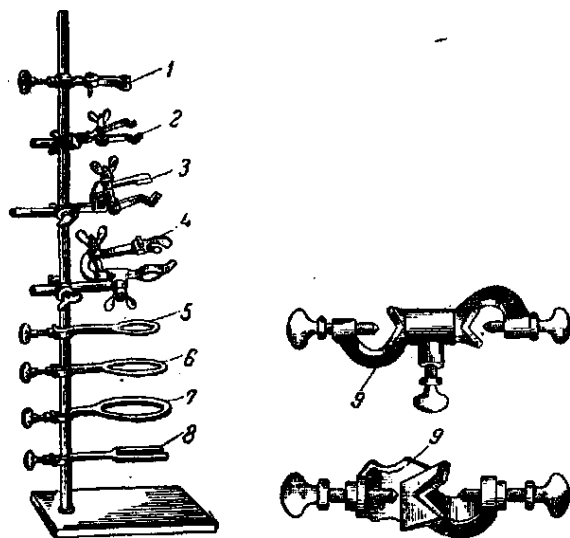


Рисунок П.И.22. Железный штатив с набором: 1 – лапки малые; 3, 4 – лапки большие; 5, 6, 7 – кольца; 8 – вилка; 9 – муфты для лапок и колец

Зажимы. Имеется очень большое количество конструкций зажимов, применяемых в лабораторной практике. Принципиально они могут быть двух типов: винтовые или пружинные. В лабораториях чаще всего применяют винтовые зажимы Гофмана и пружинные Мора (рисунок П.И.23). Зажимы Гофмана хорошо применять в тех случаях, когда требуется значительная герметичность и нет надобности часто их открывать. Когда же зажимом приходится пользоваться часто (например, на бюретках, на бутылках с дистиллированной водой), удобнее пользоваться зажимом Мора.

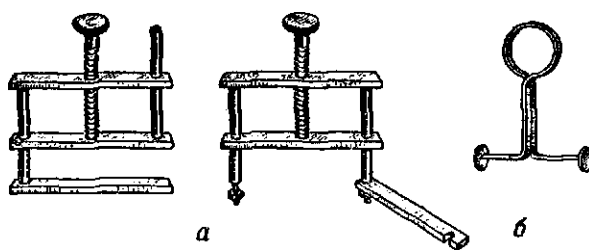


Рисунок П.И.23. Зажимы: а – Гофмана; б – Мора

Пинцеты (рисунок П.И. 24) служат для взятия небольших предметов.

Тигельные щипцы (рисунок П.И.25) – для вытаскивания горячих тиглей из печи.

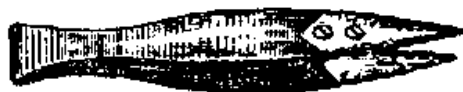


Рисунок П.И.24. Пинцеты



Рисунок П.И.25. Тигельные щипцы

Учебное издание

Анастасия Валерьевна Чернова

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ В ПРОФЕССИОНАЛЬНОЙ
ДЕЯТЕЛЬНОСТИ

Редактор Е. Билко

Локальное электронное издание.

Уч.-изд. л. 5,7. Печ. л. 5,0.

Издательство федерального государственного
бюджетного образовательного учреждения высшего образования
«Калининградский государственный технический университет»,
236022, Калининград, Советский проспект, 1