



КАЛИНИНГРАДСКИЙ
МОРСКОЙ РЫБОПРОМЫШЛЕННЫЙ
КОЛЛЕДЖ

Федеральное агентство по рыболовству
БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»
Калининградский морской рыбопромышленный колледж

Утверждаю
Заместитель начальника колледжа
по учебно-методической работе
А. И. Колесниченко

**ПМ.02 ОРГАНИЗАЦИЯ И ВЕДЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ПРОИЗВОДСТВА
КОРМОВОЙ И ТЕХНИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ ИЗ ВОДНЫХ БИОРЕСУРСОВ**

**МДК.02.01 ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА КОРМОВОЙ И ТЕХНИЧЕСКОЙ
ПРОДУКЦИИ ИЗ ВОДНЫХ БИОРЕСУРСОВ**

**Тема 2.1.2 КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА КОРМОВОЙ И ТЕХНИЧЕСКОЙ
ПРОДУКЦИИ ИЗ ВОДНЫХ БИОРЕСУРСОВ**

Методическое пособие для выполнения лабораторных занятий по профессиональному модулю

35.02.10 Обработка водных биоресурсов

МО-35 02 10-ПМ.02.МДК 02.01.Тема 2.1.2.ЛЗ

РАЗРАБОТЧИК	Пляскина Н.М.
ЗАВЕДУЮЩИЙ ОТДЕЛЕНИЕМ	Судьбина Н.А.
ГОД РАЗРАБОТКИ	2025

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.2/41

Содержание

Введение	3
Лабораторное занятие№ 1. Контроль качества кормовой муки (органолептические и физические методы анализа)	6
Лабораторное занятие№ 2. Контроль качества кормовой муки (химические методы анализа)	14
Лабораторное занятие№ 3.Определение белковых веществ в кормовой муке (сырого протеина)	21
Лабораторное занятие№ 4. Контроль качества жировой продукции (органолептические и физические методы анализа)	26
Лабораторное занятие№ 5. Контроль качества жировой продукции (химические методы).....	31
Лабораторное занятие№ 6. Колориметрические методы анализа пищевых продуктов.....	38
Список использованных источников.....	41

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.3/41

Введение

Рабочей программой ПМ.02 «Производство кормовой и технической продукции из водных биоресурсов» предусмотрено выполнение шести лабораторных работ.

Целью проведения лабораторных работ является закрепление теоретических знаний и получение практических навыков и умений в проведении лабораторных исследований сырья, продукции, материалов, тары. Особое внимание уделяется работе с нормативными документами, и умению давать заключение о качестве (сортности) продукции по полученным результатам лабораторных исследований.

При ознакомлении с требованиями нормативных документов на водное сырье, пищевые материалы, готовую продукцию необходимо обратить внимание на комплекс нормируемых показателей качества и их характеристику по сортам; условия и сроки хранения продукции; виды и требования к упаковке. Следует проверить свои знания в маркировании тары с продукцией.

При изучении методов органолептического и физико-химического анализа следует ознакомиться не только с техникой проведения опытов, но и понять сущность методики, обратить внимание на используемые материалы, приборы, реактивы, обработку полученных результатов испытаний.

На первом занятии преподаватель проводит вводный инструктаж по правилам работы в лаборатории технохимического контроля, правилам обращения с лабораторным оборудованием, химической посудой и реактивами, оказанию первой доврачебной помощи, электро- и пожаробезопасности. Каждый обучающийся расписывается в журнале по технике безопасности. Кроме того, перед началом каждой лабораторной работы преподаватель напоминает основные вопросы техники безопасности по данной работе.

К каждой лабораторной работе обучающиеся должны проработать теоретический материал по соответствующей теме. Перед началом лабораторной работы проводится фронтальная беседа, цель которой – проверить готовность группы к выполнению лабораторной работы, уяснить цели и последовательность работы.

Обучающиеся допускаются к выполнению последующей работы только после сдачи отчета и получения зачета с оценкой по предыдущей работе. Зачет проводится по контрольным вопросам, представленным в методичке по каждой работе.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.4/41

Для ведения записей (отчетов) по лабораторным работам обучающийся должен иметь отдельную тетрадь с полями. Записи должны вестись аккуратно, разборчивым подчерком. Результаты работ оформляются в виде протоколов испытаний рекомендуемых форм.

Для каждого опыта обучающийся четко дает название определяемого показателя со ссылкой на стандарт метода контроля; формулирует сущность метода, а для химических показателей необходимо привести химические реакции при их определении. Далее записываются результаты опыта с приведением расчетных формул с обозначениями.

По полученным результатам лабораторных испытаний в конце отчета делается вывод (заключение) о качестве исследуемого образца продукции (сортности) в соответствии с требованиями нормативного документа.

В результате освоения материала по лабораторным работам у обучающихся формируются следующие компетенции: ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.5/41

Перечень лабораторных занятий

№ п/п	Лабораторное занятие	Кол-во часов
1	Лабораторное занятие № 1 Контроль качества кормовой муки (органолептические и физические методы анализа)	4
2	Лабораторное занятие № 2 Контроль качества кормовой муки (химические методы анализа)	4
3	Лабораторное занятие № 3 Определение белковых веществ в кормовой муке	4
4	Лабораторное занятие № 4 Контроль качества жировой продукции (органолептические и физические методы анализа)	4
5	Лабораторное занятие № 5 Контроль качества жировой продукции (химические методы анализа)	4
6	Лабораторное занятие № 6 Колориметрические методы анализа жировой продукции	2
ИТОГО		22

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.6/41

Тема 2.1.2 Контроль производства и качества кормовой и технической продукции из водных биоресурсов

Лабораторное занятие № 1. Контроль качества кормовой муки (органолептические и физические методы анализа)

Цель работы:

- изучить требования ГОСТ 2116-2000, предъявляемые к качеству кормовой рыбной муки, ее упаковке, маркировке, транспортирования и хранения;
- освоить органолептические и физические методы испытаний кормовой муки;
- формирование компетенций ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

Используемые источники: [1], [2], [3], [4], [5], [8], [9].

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Повторить по ГОСТ 31339-2006 правила приемки кормовой рыбной муки по количеству и качеству.
- 2 Повторить по ГОСТ 31339-2006 методы отбора проб муки для лабораторных испытаний.
- 3 Изучить ГОСТ 2116-2000 и законспектировать в тетрадь-конспект:
 - органолептические показатели качества;
 - физические и химические показатели качества муки, их норма;
 - требования, предъявляемые к упаковке, транспортированию и маркировке
 - условия и сроки хранения муки.
- 4 Подготовить среднюю пробу муки из рыбы к анализу по ГОСТ 7636-85.
- 5 Исследовать средний образец муки органолептическими методами, при этом определить:
 - внешний вид по ГОСТ 7636-85;
 - запах по ГОСТ 7631-2008.
- 6 Исследовать образец муки физическими методами, по ГОСТ 7636-85, при этом определить:
 - крупность помола, п.8.3;
 - содержание металлопримесей, п.8.4.
- 7 Определить содержание влаги методом высушивания при температуре 130 °С, по ГОСТ 13496.3-80 (методические указания к работе).
- 8 Определить содержание влаги методом высушивания до постоянной массы при 100 – 105 °С по ГОСТ 13496.3-80 (методические указания к работе).

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.7/41

9 Сравнить полученные результаты исследований с требованиями ГОСТ 2116-2000, сделать вывод о качестве исследуемого образца кормовой муки.

10 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Номер и тема лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец, нормативный документ

Результаты исследования (протокол испытаний)

Заключение о качестве (сортности)

Дата выполнения, подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самоконтроля:

1 Какие требования предъявляются стандартом к органолептическим и физическим показателям качества кормовой муки из рыбы?

2 Какие требования предъявляются стандартом к химическим показателям качества кормовой муки?

3 В каком случае и количестве в муку добавляется антиокислитель? Назвать антиокислитель.

4 Какие требования предъявляются к упаковке кормовой муки из рыбы согласно ГОСТ 2116-2000?

5 Условия и сроки хранения кормовой муки.

6 Какие требования предъявляются стандартом к транспортированию кормовой рыбной муки?

7 Привести пример маркировки мешков с кормовой мукой. Каким документом регламентируется?

8 Каковы правила приемки кормовой муки по количеству? Каким документом регламентируется?

9 Каковы основные правила приемки муки по качеству? Каким документом регламентируются?

10 Что называется однородной партией муки? Выборкой?

11 Как и в каком количестве отбирается выборка? Каким испытаниям подвергается?

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.8/41

12 Что называется точечной пробой муки? Объединенной пробой? Средней пробой?

13 Как и в каком количестве составляется объединенная проба?

14 Как отбирается средняя проба муки? Какие документы при этом оформляются?

15 Как подготавливается средняя проба муки для лабораторных испытаний?

16 Что такое крупность помола? Сущность и методика определения?

17 Сущность и методика определения металломагнитных примесей в муке. Расчетная формула.

18 Методика определения внешнего вида и запаха муки.

19 Сделать заключение о качестве кормовой муки, рассыпной, если после просеивания 100 г муки через сито с размерами ячеи 3,2 мм остаток частиц муки на сите составил 5 г.

20 Сделать заключение о сортности кормовой муки, если в навеске массой 250 г содержится 45 мг металлопримесей.

21 Методы определения влаги в кормовой муке. Принципиальные отличия.

22 Сущность и методика определения влаги в муке при 130 °С. Расчетная формула.

23 Сущность и методика определения влаги в муке высушиванием до постоянной массы. Формула для расчета.

24 Определить влажность муки и сделать заключение о качестве муки, если при высушивании навески муки массой 5,2000 г масса ее уменьшилась на 0,2600 грамма.

Методические указания к работе:

Подготовка к анализу средней пробы

Подготовка к анализу средней пробы кормовой муки из рыбы, морских млекопитающих и ракообразных производится по ГОСТ 7636-85, п.2.6. «Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа».

Поступившую в лабораторию среднюю пробу муки в количестве 500 г делят методом квартования на две части.

Одну часть просеивают через металлическое сито со стороной отверстий 1 мм. Не прошедшую через сито муку растирают в фарфоровой ступке или на

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.9/41

лабораторной мельнице и снова просеивают. Растирание и просеивание продолжают до тех пор, пока вся мука не будет просеяна через сито. Просеянную муку тщательно перемешивают и помещают в банку с притертой пробкой. Непросеянную часть муки оставляют для определения крупности помола, наличия песка, частиц железа (металлических примесей) и обнаружения примеси стекла.

Органолептические методы качества

Определение внешнего вида муки по ГОСТ 7636-85

Среднюю пробу муки, рассыпанную тонким слоем по пергаментной бумаге, полимерной пленке или другом материале, внимательно просматривают на присутствие комков, плесени, величину гранул.

Определение запаха

Определение запаха проводят по ГОСТ 7631-2008.

Физические методы оценки качества

Определение крупности помола по ГОСТ 7636-85, п.8.3.

Сущность метода: Метод основан на просеивании навески рыбной муки через сито с определенным размером ячеек и взвешивании непросеянного остатка.

Навеску муки массой 100 г, взвешенную с абсолютной погрешностью не более 0,5 г просеивают через сито с квадратными отверстиями, со стороной равной 3,2 мм. Остаток крупных частиц на сите переносят в тарированный стакан и взвешивают. Масса остатка в граммах, выраженная в процентах от общей массы пробы, характеризует крупность помола.

Определение содержания металлопримесей по ГОСТ 7636-85, п.8.4.

Сущность метода: Метод основан на извлечении ферромагнитных частиц магнитом и определении их массы взвешиванием.

Навеску муки, массой 250 г, взятую из средней пробы без просеивания через сито и измельчения в ступке, рассыпают на стекле слоем толщиной 5 мм и извлекают металлические частицы подковообразным магнитом. Во избежание потерь при снятии металлических частиц с магнита, его полюсы предварительно обертывают папиросной бумагой, через которую собирают металлопримеси. Для этого проводят магнитом продольные и поперечные бороздки по всей поверхности муки, чтобы покрыть ими весь образец муки без промежутков. Снимают с магнита выбранные частицы железа, осторожно снимают бумагу с полюсов магнита и

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.10/41

ссыпают металлические частицы на чистый лист бумаги. Образец муки заравнивают и повторяют обработку магнитом. Эту операцию проводят несколько раз до тех пор, пока на магните не будут больше собираться частицы железа. После этого, держа за края бумагу, на которой собрано железо, вводят ее по полюсам магнита и осторожно сдувают примешанную муку так, чтобы металлические частицы во время сдувания удерживались магнитом.

Очищенные от муки металлические частицы переносят в стакан, вместимостью 100 см³ и заливают 25 см³ раствора гидроксида натрия 100 г/дм³ (10 % -ный) или калия и кипятят 30 мин. на слабом огне; при этом происходит разрушение остатков частиц муки гидроокисью натрия. Содержимое стакана разбавляют количеством воды и фильтруют через бумажный фильтр. Фильтры промывают один или два раза водой и подсушивают в сушильном шкафу при 100 °С в течение 30 мин. Металлические частицы собирают с фильтра магнитом через бумагу, переносят на тарированное часовое стекло и взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,01 г.

Определение влаги

Массовую долю влаги в кормовой муке определяют по ГОСТ 13496-80 «Комбикорма. Сырье. Методы определения влажности» несколькими методами.

Сущность методов: Метод заключается в определении разности между массой навески продукта до и после высушивания.

Стандартный метод высушивания при 130 °С

Пронумерованные открытые бюксы с крышками высушивают в сушильном шкафу в течение 30 минут при температуре 130 °С, охлаждают в эксикаторе, и взвешивают. Затем в каждую бюксу помещают навеску продукта массой около 5 г., взвешенную с погрешностью не более 0,01 г. Продукт разравнивают тонким слоем по дну бюксы. Открытые бюксы с крышками помещают в шкаф, предварительно нагретый до температуры 130 ± 2°С. Высушивание продолжают в течение 40 минут, считая с момента установления в шкафу температуры 130 °С. По истечении 40 минут бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и ставят в заправленный эксикатор на 20-30 минут для охлаждения, затем бюксы с навесками снова взвешивают.

Арбитражный метод высушивания до постоянной массы при 100-105 °С.

Этот метод применяют при разногласиях в определении содержания влаги в рыбной муке из морских млекопитающих.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.11/41

В высушенные при 100 -105 °С до постоянной массы бюксы помещают две навески продукта массой около 5 г каждая, взвешенные с погрешностью не более 0,001 г. Высушивание производят в сушильном шкафу при температуре 100 -105 °С.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.12/41

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Исследуемый образец _____

должен отвечать требованиям ГОСТ _____

1 Органолептическая оценка качества

Опыт 1. Оценка внешнего вида по ГОСТ 7636-85

Сущность метода _____

Опыт 2. Определение запаха по ГОСТ 7631-2008

Сущность метода _____

ТАБЛИЦА 1 - РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Наименование показателя	Результаты испытания	Характеристика и нормы согласно ГОСТ 2116-2000
Внешний вид		
Запах		

Вывод: (о соответствии результатов органолептической оценки требованиям ГОСТ 2116-2000) _____

2 Физические методы оценки качества

Опыт 3 Определение крупности помола по ГОСТ 7636-85

Сущность метода: _____

ТАБЛИЦА 2 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определяемая характеристика, г	Обозначение	Результат опыта
Масса навески муки	M	
Масса муки на сите после просеивания	M_1	
Крупность помола, %	$X = M_1 \cdot 100 / M$	

Вывод: (о соответствии образца муки по крупности помола требованиям ГОСТ 2116-2000) _____

Опыт 4 Определение содержания металломагнитных примесей по ГОСТ 7636-85.

Сущность метода: _____

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.13/41

ТАБЛИЦА 3 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определяемая характеристика, г	Обозначение	Результат опыта
Масса навески муки	M	
Масса металломагнитных примесей	M_1	
Масса металломагнитных примесей, мг на 1000 г (1 кг) муки	$X = M_1 \cdot 10^6 / M$	

Вывод: (о соответствии образца муки по содержанию металломагнитных примесей требованиям ГОСТ 2116-2000)

Опыт 5 Определение массовой доли влаги методом высушивания при 130 °С по ГОСТ 13496.3-80.

Сущность метода: _____

ТАБЛИЦА 4 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определяемая характеристика, г	Обозначение	Опыт 1	Опыт 2
Масса пустого бюкса	M_1		
Масса бюкса с навеской до высушивания	M_2		
Масса навески	$M = M_2 - M_1$		
Масса бюкса с навеской после высушивания	M_3		
Масса влаги	$V = M_2 - M_3$		
Массовая доля влаги в муке, %	$X = V \cdot 100 / M$		

Примечание: За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений $X = (X_1 + X_2) / 2$; допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,2 % до 0,4 %. Вычисления проводить до второго десятичного знака и результат округлять до первого десятичного знака.

Вывод: (о соответствии образца муки по показателю массовой доли влаги требованиям ГОСТ 2116-2000) _____

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.14/41

Опыт 6 Определение массовой доли влаги методом высушивания до постоянной массы при температуре 100 – 105 °С по ГОСТ 13496.3-80.

Сущность метода: _____

ТАБЛИЦА 5 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определяемая характеристика, г	Обозначение	Опыт 1	Опыт 2
Масса пустого бюкса	M_1		
Масса бюкса с навеской до высушивания	M_2		
Масса навески	$M = M_2 - M_1$		
Масса бюкса с навеской после первого высушивания	M_3^1		
Масса бюкса с навеской после второго высушивания	M_3^2		
Масса бюкса с навеской после окончательного высушивания	M_3		
Масса влаги	$V = M_2 - M_3$		
Массовая доля влаги в муке, %	$X = V \cdot 100 / M$		

Примечание: За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений $X = (X_1 + X_2) / 2$; допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,2 % до 0,4 %. Вычисления проводить до второго десятичного знака и результат округлять до первого десятичного знака.

Вывод: (о соответствии образца муки по показателю массовой доли влаги требованиям ГОСТ 2116-2000, о сопоставимости результатов определений массовой доли влаги высушиванием при 130 °С и при 105 °С) _____

Заключение о качестве: (о соответствии качества исследуемого образца кормовой рыбной муки требованиям ГОСТ) _____

Лабораторное занятие № 2. Контроль качества кормовой муки (химические методы анализа)

Цель работы:

- освоить химические методы испытания кормовой рыбной муки;
- закрепить знание требований стандарта на готовую продукцию;

*Документ управляется программными средствами 1С Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся 1С Колледж*

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.15/41

- формирование компетенций ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

Используемые источники: [1], [2], [3], [4].

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Подготовить среднюю пробу кормовой муки к анализу по ГОСТ 7636-85, п.2.6.
2. Исследовать средний образец муки химическими методами, при этом определить:
 - массовую долю хлористого натрия argentометрическим методом по ГОСТ 7636-85, п.3.5.1;
 - массовую долю жира экстракционным методом по обезжиренному остатку по ГОСТ 7636-85, п.3.7.2.;
 - массовую долю жира методом капельной экстракции.
3. Сравнить полученные результаты исследований с требованиями ГОСТ 2116-2000, сделать вывод о количестве исследуемой кормовой муки.
4. Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Номер и тема лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец, нормативный документ

Результаты исследования (протокол испытаний)

Заключение о качестве (сортности)

Дата выполнения, подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самоконтроля:

1. Методы определения жира в кормовой муке. Сущность каждого метода. Принципиальные отличия. Преимущества, недостатки.
2. Сущность и методика определения жира в кормовой муке экстракционным методом по обезжиренному остатку. Расчетная формула.
3. Зарисовать аппарат Сокслета. Основные части прибора, назначение, принцип работы.
4. Сущность и методика определения жира в муке капельной экстракцией. Расчетная формула, обозначения. Относительная ошибка вычислений.

*Документ управляется программными средствами 1С Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся 1С Колледж*

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.16/41

5. Составить перечень-заявку необходимого оборудования, инструментов, реактивов, посуды для определения жира в муке экстракционным методом, методом капельной экстракции.

6. Как узнать окончание экстракции жира в аппарате Сокслета?

7. Как проводится обезвоживание навески муки перед экстракцией при определении жира и зачем?

8. Сущность и методика определения хлористого натрия в муке, расчетная формула, обозначения. Относительная ошибка вычислений.

9. Химизм определения хлористого натрия в кормовой муке. Какой индикатор используется, его роль?

10. Написать реакцию образования красно-бурого осадка при определении хлористого натрия в муке. Почему в начальный момент титрования происходит растворение осадка? Ответ подтвердить реакциями.

11. Написать перечень-заявку необходимого оборудования, инструментов, посуды, реактивов для определения хлористого натрия в кормовой муке.

12. Что обозначает и как выводится коэффициент 0,00585 в формуле для расчета хлористого натрия?

13. Порядок приготовления 2 дм³ 0,1 н раствора азотнокислого серебра. Ответ подтвердить расчетами.

14. Порядок приготовления 0,2 дм³ 0,1 н раствора азотнокислого серебра.

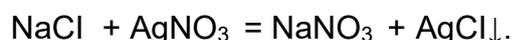
Методические указания к работе:

Определение массовой доли хлористого натрия по ГОСТ 7636-85.

Массовую долю хлористого натрия в кормовой рыбной муке определяют путем титрования вытяжки из обугленной навески муки 0,1 н раствором азотнокислого серебра.

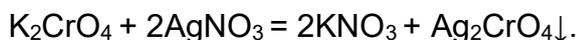
Сущность метода: Метод основан на взаимодействии в нейтральной среде при рН = 7 хлористого натрия с азотнокислым серебром, в присутствии хромовокислого калия с образованием красно-бурого осадка хромовокислого серебра.

Растворимость хлористого серебра меньше, чем хромовокислого, поэтому в начале образуется белый осадок хлористого серебра по реакции:



МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.17/41

После связывания всего хлорида натрия азотнокислое серебро начинает реагировать с хромовокислым калием (индикатором) с образованием красно-бурого осадка по реакции:



Проведение анализа: Навеску кормовой муки от 2 до 2,5 г, приготовленную из средней пробы осторожно обугливают в фарфоровом тигле в муфельной печи до прекращения выделения дыма. Уголь измельчают, смывают горячей дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 200-250 см³ и после охлаждения до комнатной температуры объем доводят водой до метки. Содержимое колбы тщательно взбалтывают и фильтруют через вату, причем 20-30 см³ фильтрата отбрасывают.

В две конические колбы отбирают по 50 см³ фильтрата и титруют раствором азотнокислого серебра 0,1 н в присутствии 3-4 капель раствора хромовокислого калия 10 %-ного или 1 капли насыщенного раствора до получения не исчезающей красновато-бурой окраски.

Определение массовой доли жира

Массовую долю жира в кормовой муке определяют как стандартными методами по ГОСТ 7636-85, так и другими методами, дающими сопоставимые результаты. В соответствии с требованиями ГОСТ 2116-2000, массовая доля жира должна быть не более 14 %.

Определение массовой доли жира экстракционным методом по обезжиренному остатку (ГОСТ 7636-85, п.3.7.2).

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

Проведение анализа: Высушенные в сушильном шкафу в металлических бюксах навески муки после определения влаги (см. лабораторную работу № 23) используют для определения массовой доли жира.

Высушенную навеску количественно переносят в пакеты из фильтровальной бумаги 8 x 9 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 9 x10 см так, чтобы линии загиба обоих пакетов не совпадали. Пакеты можно перевязать ниткой. Наружный пакет нумеруют графитовым карандашом.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.18/41

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 взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в экстрактор аппарата Сокслета.

В аппарат Сокслета можно поместить несколько пакетов при условии, что в процессе экстракции все пакеты будут погружены в эфир и хорошо им омыты.

Экстракцию эфиром продолжают в течение 10-12 часов. 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 минут просушивают для удаления эфира. Пакеты охлаждают в эксикаторе и взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,001 г.

Определение массовой доли жира методом капельной экстракции (ускоренный метод)

Сущность метода: Метод основан на весовом определении жира после извлечения его из сухой навески.

Проведение анализа: В стеклянную трубку диаметром 14 мм и длиной 250 мм вкладывают ватный тампон и два кружочка фильтрованной бумаги, диаметр которых несколько больше диаметра трубки, затем еще один ватный тампон. Общая толщина фильтрующей до 0,01 г, переносят в экстракционную трубку и уплотняют, осторожно постукивая ее нижним концом о ладонь. В трубку наливают эфир и устанавливают ее в штатив над взвешенным сухим чистым стаканчиком. Чашку из-под навески трижды обрабатывают небольшими порциями эфира, сливая его в трубку. Налитый в трубку эфир должен вытекать из нее со скоростью 40-100 капель в минуту. После того, как эфир профильтруется, в трубку последовательно доливают еще 2-3 порции по 5-10 мл эфира. Экстракция считается законченной, если на фильтровальной бумаге не остается жирного пятна, в противном случае доливают в трубку еще одну порцию эфира. Каждая порция эфира проходит через трубку обычно за 15-20 минут, а процесс извлечения жира длится в среднем 1-2 часа.

После полного извлечения жира эфир из стаканчика выпаривают до удаления запаха и без предварительного высушивания взвешивают.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.19/41

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Исследуемый образец _____
должен отвечать требованиям ГОСТ _____

Химические методы оценки качества

Опыт 1 Определение массовой доли поваренной соли в кормовой рыбной муке.

Сущность метода: _____

Уравнения реакций: _____

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.20/41

ТАБЛИЦА 1 – РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Определяемая характеристика	Обозначение	Опыт 1	Опыт 2
Масса пустого тигля, г	M_1		
Масса тигля с навеской, г	M_2		
Масса навески муки, г	$M = M_2 - M_1$		
Объем мерной колбы, см ³	V_k		
Объем водной вытяжки, взятой на титрование, см ³	V_e		
Объем 0,1 н AgNO ₃ , пошедший на титрование, см ³	a		
Массовая доля хлористого натрия, %	X		

Примечание: За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений $X = (X_1 + X_2) / 2$; допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,2 %. Вычисления проводят до первого десятичного знака.

$$X = K \cdot a \cdot 0,00585 \cdot 100 \cdot V_k / V_e \cdot M,$$

где K – поправочный коэффициент на точно 0,1 н раствор AgNO₃ (см. на склянке с реактивом);

0,00585 – количество г NaCl, соответствующее 1 см³ 0,1 н раствора AgNO₃.

Вывод: (о соответствии образца муки по показателю массовой доли поваренной соли требованиям ГОСТ 2116-2000)

Опыт 2 Определение массовой доли жира экстракционным методом по обезжиренному остатку по ГОСТ 7636-85

Сущность метода: _____

Рисунок аппарата Сокслета _____

ТАБЛИЦА 2 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

Определяемая характеристика	Обозначение	Опыт 1	Опыт 2
Масса навески муки, г (см. лаб. работу № 1, таблица 4 и 5)	M		
Масса пакетика с навеской до экстракции, г	M_1		
Масса пакетика с навеской после экстракции, г	M_2		

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.21/41

Масса жира, г	$M_{ж} = M_1 - M_2$		
Массовая доля жира в кормовой муке, %	$X = (M_{ж} / M) \cdot 100$		

Примечание: За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений $X = (X_1 + X_2) / 2$; допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,5 %. Вычисление производить до первого десятичного знака.

Вывод: (о соответствии образца муки по показателю массовой доли жира требованиям ГОСТ 2116-2000) _____

Опыт 3 Определение массовой доли жира методом капельной экстракции

Сущность метода: _____

ТАБЛИЦА 3 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

Определяемая характеристика, г	Обозначение	Результат опыта
Масса пустого стакана	M_1	
Масса стакана с навеской муки	M_2	
Масса навески муки	$M = M_2 - M_1$	
Масса пустого стакана до экстракции жира	M_3	
Масса стакана с жиром	M_4	
Масса жира	$M_{ж} = M_4 - M_3$	
Массовая доля жира в муке, %	$(M_{ж} / M) \cdot 100$	

Вывод: (о соответствии образца муки по показателю массовой доли жира требованиям ГОСТ 2116-2000, о сопоставимости результатов определений массовой доли жира в кормовой муке экстракционным методом в аппарате Сокслета и ускоренным методом капельной экстракции)

Заключение о качестве: (о соответствии качества исследуемого образца кормовой рыбной муки требованиям ГОСТ) _____

Лабораторное занятие № 3. Определение белковых веществ в кормовой муке (сырого протеина)

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.22/41

Цель работы:

- изучить и освоить методику определения сырого протеина в кормовой муке;
- закрепить навыки работы с нормативно-технической документацией;
- формирование компетенций ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

Используемые источники: [1], [2], [3], [4].

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Подготовить среднюю пробу кормовой муки к анализу по ГОСТ 7636-85, п.2.6. (см. методические указания к работе).
2. Изучить по методическим указаниям к работе и законспектировать в тетрадь-конспект:
 - сущность и химизм определения сырого протеина в кормовой муке;
 - физический смысл расчетной формулы.
3. Определить содержание сырого протеина в исследуемом образце муки макрометодом (по Къельдалю) по ГОСТ 7636-85, п.8.9.1
4. Сравнить полученные результаты исследования с требованиями ГОСТ 2116-2000 и сделать заключение о качестве исследуемого образца муки кормовой.
5. Ответить на контрольные вопросы

Содержание отчета:

Номер и тема лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец, нормативный документ

Результаты исследования (протокол испытаний)

Заключение о виде и качестве (сортности)

Дата выполнения, подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самоконтроля:

1. Сущность метода определения сырого протеина макрометодом. Что обозначает и как выводится коэффициент 6,25?
2. Написать реакции, протекающие при помещении навески муки в колбу Къельдаля. Какие катализаторы используются для сжигания и какова их роль?
3. Зарисовать прибор для (определения) отгонки аммиака. Основные части, принцип работы. Как определить окончание отгонки аммиака?

*Документ управляется программными средствами 1С Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся 1С Колледж*

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.23/41

4. Для чего в отгонную колбу аппарата для отгонки аммиака приливают концентрированную щелочь? Написать реакцию, протекающую в отгонной колбе.

5. Почему в начальный момент отгонки аммиака аллонж холодильника должен быть погружен в раствор серной кислоты? Написать реакцию, протекающую в приемной колбе.

6. Основные этапы определения сырого протеина в кормовой муке.

7. Для чего проводят контрольный опыт при определении сырого протеина? Что обозначает разность объемов ($V - V_1$) в расчетной формуле?

8. Написать реакцию титрования при определении сырого протеина. Какой индикатор используется при титровании и его роль?

9. Формула для расчета содержания сырого протеина в кормовой муке. Обозначения в ней.

10. Что обозначает и как выводится коэффициент 0,0014 в формуле для расчета содержания сырого протеина? От чего он зависит?

11. Сделать заключение о качестве кормовой муки из рыбы, если при определении сырого протеина получены результаты: на титрование в контрольном и рабочем анализе израсходовано соответственно 30 см³ и 24 см³ 0,1 н раствора гидроксида натрия. Масса навески муки для анализа – 0,1 г.

Методические указания:

Определение массовой доли белковых веществ макрометодом (по Къельдалю) по ГОСТ 7636-85, п. 8.9.1.

Сущность метода: Метод основан на окислении органического вещества при сжигании его в серной кислоте в присутствии катализатора, отгонке образующегося аммиака паром, улавливании его раствором серной кислоты и определении содержания азота методом титрования избытка серной кислоты щелочью. Метод применяют при разногласиях в оценке качества продукции.

Навеску муки сжигают в концентрированной серной кислоте в присутствии катализатора (селена, окиси меди, сернокислой меди)



концентрированная

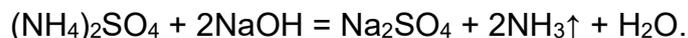


Выделяющийся азот в виде аммиака вступает в реакцию с серной кислотой с образованием сернокислого аммония:

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.24/41

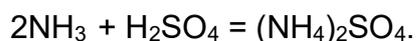


Сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ – соединение прочное и разрушается только крепкой щелочью при нагревании, взятой в избытке:

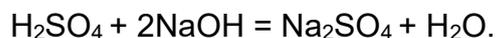


концентрирован.

Образующийся аммиак отгоняют острым паром и улавливают титрованным раствором серной кислоты 0,1 н:



Избыток серной кислоты титруют 0,1 н раствором щелочи (гидроокиси натрия) в присутствии двойного индикатора или метилового красного:



избыток

По количеству связавшейся с аммиаком серной кислоты определяют количество азота в навеске.

Белковые вещества определяют, умножая количество общего азота на коэффициент 6,25, считая среднее содержание азота в белке равным 16 % ($100 / 16 = 6,25$). Метод применяют при разногласиях в оценке качества продукции.

Проведение испытания. Навеску муки массой 0,2 – 0,3 г взвешивают с абсолютной погрешностью не более 0,0005 г в закрытую с одной стороны трубочку из фильтрованной бумаги, помещают в колбу для сжигания вместимостью 100 см³, добавляют несколько мелких кристаллов медного купороса (0,2-0,3 г) и приливают 10-20 см³ серной кислоты плотностью 1,840 г/см³.

Колбу с содержимым осторожно нагревают в вытяжном шкафу, не допуская разбрызгивания жидкости. Когда содержимое колбы станет однородным, прекращают нагревание, дают остыть, добавляют 0,5 г сернокислого калия и продолжают нагревание до тех пор, пока жидкость в колбе не станет прозрачной, зеленовато-голубой окраски без бурого оттенка. Внутренние стенки колбы должны быть совершенно чистыми. Это достигается осторожным взбалтыванием содержимого колбы для смывания со стенок темных, обугленных частиц муки. По окончании сжигания содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в отгонную колбу вместимостью 500-750 см³.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.25/41

Колбу для сжигания тщательно ополаскивают, проверяя полноту смывания добавлением 1-2 капель раствора метилового красного. Общий объем раствора в отгонной колбе должен быть не более 250-300 см³.

Приемником служит коническая колба вместимостью 250-300 см³, в которую из бюретки налито 25-30 см³ раствора серной кислоты 0,05 моль/дм³. Конец трубки холодильника должен быть погружен в раствор серной кислоты.

В отгонную колбу осторожно, по стенкам, избегая смешивания жидкостей, приливают 50-70 см³ раствора гидроксида натрия 33 %-ного, бросают кусочек лакмусовой бумаги и быстро закрывают ее пробкой, соединенной посредством каплеуловителя с холодильником, осторожно перемешивают содержимое и нагревают. Реакция жидкости в колбе должна быть резко щелочной.

После закипания жидкости в колбе, приемник опускают так, чтобы конец трубки холодильника находился на некотором расстоянии от поверхности раствора кислоты в приемнике, и продолжают отгонку до тех пор, пока капля дистиллята не будет вызывать посинения красной лакмусовой бумаги или универсального индикатора. При появлении в конце отгонки при кипении толчков отгонку прекращают.

По окончании отгонки конец трубки холодильника обмывают водой в приемную колбу и содержащийся в ней избыток серной кислоты титруют 0,1н раствором гидроксида натрия в присутствии метилового красного. Одновременно проводят контрольный анализ без навески исследуемого образца.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Исследуемый образец _____

наименование продукта, вид

по качеству должен отвечать требованиям ГОСТ _____

указать номер и название стандарта

Опыт 1. Определение содержания сырого протеина макрометодом (по Къельдалю) по ГОСТ 7636-85, п.8.9.1.

Сущность метода: _____

Уравнения реакций: _____

Рисунок аппарата для отгонки аммиака _____

ТАБЛИЦА 1 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

*Документ управляется программными средствами 1С Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся 1С Колледж*

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.26/41

Определяемая характеристика	Обозначение	Опыт 1	Опыт 2
Масса бумажного фильтра, г	M_1		
Масса бумажного фильтра с навеской муки, г	M_2		
Масса муки, г	$M = M_2 - M_1$		
Объем 0,1 н раствора NaOH, израсходованного на титрование серной кислоты в контрольном анализе, см ³	V		
Объем 0,1 н раствора NaOH, израсходованного на титрование серной кислоты в рабочем анализе, см ³	V_1		
Массовая доля белковых веществ в муке, %	X		

Примечание: За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений $X = (X_1 + X_2) / 2$; допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,5 %. Вычисление производить до второго десятичного знака.

Массовую долю белковых веществ X , %, вычисляют по формуле

$$X = (V - V_1) \cdot K \cdot 0,0014 \cdot 6,25 \cdot 100 / M,$$

где K – коэффициент пересчета на точный раствор гидроксида натрия 0,1 н (см. на этикетке склянки с реактивом);

0,0014 – количество азота, эквивалентное 1 см³ 0,1 н раствора гидроксида натрия;

6,25 – коэффициент расчета количества азота на белковые вещества.

Заключение о качестве: (о соответствии исследуемого образца кормовой муки требованиям ГОСТ 2116-2000) _____

Лабораторное занятие № 4. Контроль качества жировой продукции (органолептические и физические методы анализа)

Цель занятия:

- закрепить навыки работы с нормативными документами;
- освоить органолептические и физические методы исследования жиров;
- уметь давать заключение о качестве жировой продукции по результатам лабораторных исследований;
- формирование компетенций ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.27/41

Используемые источники: [2], [3], [4], [6], [7], [8], [9], [10].

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Разработать схему контроля производства технического рыбного жира.
2. Изучить ГОСТ 1304-76, ГОСТ 8714-72 и ГОСТ 9393-82, законспектировать в тетрадь-конспект основные положения стандартов:
 - органолептические и физико-химические показатели качества рыбного жира;
 - упаковка и хранение.
3. Законспектировать и знать правила отбора средних проб жира по ГОСТ 31339-2008.
4. Подготовить образец жира к исследованию.
5. Определить органолептические показатели исследуемого жира:
 - определение цвета по ГОСТ 7636-85;
 - определение прозрачности по ГОСТ 7636-85;
 - определение запаха по ГОСТ 7631-2008.
6. Определить удельный вес жира при помощи пикнометра по ГОСТ 7636 – 85.
7. По результатам исследования сделать вывод о сортности жира согласно действующей НД, оформить работу.
8. Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Номер и тема лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец, нормативный документ

Результаты исследования (протокол испытаний):

Заключение о виде и качестве (сортности)

Дата выполнения, подписи курсанта и преподавателя:

Вопросы для самоконтроля:

1. Органолептические и физические показатели качества рыбного жира технического, их характеристика и нормы для высшего, 1-го и 2-го сортов по ГОСТ 1394-76.
2. Органолептические и химические показатели качества ветеринарного жира, их характеристика и нормы по ГОСТ 9393-82.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.28/41

3. В чем отличие технического жира от ветеринарного жира?
4. Требования, предъявляемые к таре и упаковке технического жира.
5. Маркировка бочек с жиром.
6. Какие требования предъявляются к санитарному состоянию судовых танков под слив жира? Схема санитарной обработки танков.
7. Порядок сдачи жира от промысловых судов транспортным судам, общие положения.
8. Оформление приемо-сдаточных документов, что в них указывается?
9. Условия хранения и режим перевозок жира. Какие определения проводятся при транспортировании.
10. Что такое объединенная и средняя пробы жира? Для чего и как отбираются?
11. Составление объединенной пробы жира от танков через пробоотборочный кран и при помощи зонального пробоотборника. Масса объединенной пробы.
12. Порядок выделения средней пробы жира. Опломбирование проб.
13. Что называется арбитражной средней пробой? Условия и сроки хранения проб.
14. Акт отбора проб, что в нем указывается?
15. Методика определения цвета, запаха и прозрачности жира.
16. Сущность, методика определения плотности жира пикнометром. Что такое «водное число» пикнометра? Формула для расчета плотности жира, обозначения определяемых характеристик в ней.

Методические указания к работе:

Подготовка образца к исследованию.

Средний образец испытуемого жира в случае наличия мути или взвешенных частиц после тщательного взбалтывания в течение 3-6 мин делят на две части.

Одну часть фильтруют при температуре указанной стандартом для определения прозрачности, а затем используют для определения цвета, удельного веса при помощи пикнометра, кислотного числа, числа омыления, содержания неомыляемых веществ.

Фильтрацию жира производят через бумажный складчатый фильтр. Стекланную воронку вставляют в обычную металлическую воронку, предназначенную для горячего фильтрования.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.29/41

Непрофильтрованную часть среднего образца употребляют для определения отстоя.

Органолептическая оценка жира

Определение прозрачности

Для определения прозрачности в количестве 200-300 мл наливают в стеклянный сосуд диаметром 6-8 см, стакан с жиром устанавливают в тающий лед и проводят непрерывное перемешивание жира стеклянным термометром до тех пор, пока температура жира не понизится до 0 °С.

После этого стакан с жиром выдерживают в течение 3 часов во льду при периодическом помешивании жира термометром через каждые 15 мин.

Определение цвета

Часть фильтрованного среднего образца жира наливают в стаканы диаметром 5 см, из прозрачного бесцветного стекла.

При исследовании слабо окрашенного жира наливают слой толщиной в 10 см.

Исследование ведется при температуре около 40-60 °С в проходящем дневном свете. При исследовании проверяют цвет и оттенок продукта.

Определение количества отстоя

Под отстоем понимают вещества нежирового характера, включая воду, осаждающиеся на дне сосуда в процессе отстаивания при нормальных температурных условиях из непрофильтрованной части средней пробы.

После тщательного перемешивания образца отбирают 100 см³ жира и вносят его в стеклянный измерительный цилиндр с притертой пробкой, емкостью на 100 см³, с делениями в 0,5 см³.

Цилиндр оставляют в покое на 24 часа, после чего замеряют отстой.

Определения проводят при температуре, установленной стандартом на исследуемый жир.

Отстоявшийся жир рассматривают как в проходящем, так и в отраженном свете.

После определения отстоя пробу жира исследуют на наличие (отсутствие) не свойственных посторонних запахов, а также на наличие (отсутствие) запаха окислившегося жира.

Определение запаха

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.30/41

Определение физических показателей (плотности по ГОСТ 7636-85 п.7.4.)

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Исследуемый образец _____
 Вид и сорт жира _____
 должен отвечать требованиям НД _____
 № документа и название _____
 1 Органолептическая оценка качества по ГОСТ _____
 Сущность метода: _____

ТАБЛИЦА 1 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКОЙ ОЦЕНКИ

Наименование показателя	Характеристика	Характеристика и нормы согласно НД
Цвет по ГОСТ 7636		
Прозрачность по ГОСТ 7636		
Запах по ГОСТ 7631		

Вывод: По органолептическим показателям исследуемый образец жира соответствует (не соответствует) требованиям НД

2 Определение физических показателей качества жира по ГОСТ 7636-85
 Определение плотности (удельного веса) жира при помощи пикнометра
 Сущность метода: _____

ТАБЛИЦА 2 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

Определяемая характеристика, г	Обозначение	Значение определяемых характеристик
Масса пустого пикнометра	M_1	
Масса пикнометра с водой	M_2	
Масса воды	$M_0 = M_2 - M_1$	
Масса пикнометра с жиром	M_3	
Масса жира	$M = M_3 - M_1$	
Плотность жира, г/см ³	$\rho = M / M_0$	

Заключение о качестве: (о соответствии качества исследуемого образца жира требованиям ГОСТ) _____

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.31/41

Лабораторное занятие № 5. Контроль качества жировой продукции (химические методы)

Цель работы:

- знать требования нормативных документов на технический, ветеринарный и медицинский жиры из рыб и морских млекопитающих;
- освоить химические методы исследования качества жиров;
- формирование компетенций ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

Используемые источники: [2], [3], [4], [6], [7].

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Подготовить образец исследуемого жира по ГОСТ 7636-85.
2. Определить содержание влаги методом отгонки по ГОСТ 7636-85:
 - изучить методику определения, кратко законспектировать ее сущность;
 - собрать аппарат для отгонки влаги Дина и Старка;
 - провести лабораторные испытания, выполнить расчеты.
3. Определить кислотное число жира по ГОСТ 7636-85.
4. Определить йодное число по ГОСТ 7636-85 с помощью солянокислого раствора хлористого йода.
5. Сравнить полученные результаты анализа с требованиями нормативного документа и сделать заключение о сортности (качестве) исследуемого жира.
6. Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Номер и тема лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец, нормативный документ

Результаты исследования (протокол испытаний)

Заключение о виде и качестве (сортности)

Дата выполнения, подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самоконтроля:

1. Что называется кислотным числом жира и какую порчу жира оно характеризует? Почему? Ответ подтвердить реакциями.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.32/41

2. В чем сущность методики определения кислотного числа жира?
3. Почему навеску жира при определении кислотного числа растворяют в спиртово-эфирной смеси? Ответ подтвердить реакцией.
4. Какие индикаторы применяются при определении кислотного числа жира, их роль.
5. Написать уравнение реакции титрования при определении кислотного числа жира.
6. Расчетная формула при определении кислотного числа жира, обозначения.
7. На титрование навески жира, взятой из 1-го танка пошло 1 мл едкой щелочи, а точно такой же навески из 2-го танка – 2 мл. Качество какого жира выше и почему?
8. Определить сортность технического жира, если при определении кислотного числа на титрование навески массой 2 г израсходовано 6,4 мл 0,1 н раствора КОН. Ответ подтвердить расчетами.
9. Может ли быть жир ветеринарным, если по органолептическим показателям и содержанию витаминов он соответствует требованиям ГОСТ 9393-82, а при определении кислотного числа на титрование навески массой 2,4 г пошло 1 мл 0,1 н раствора КОН. Ответ подтвердить расчетами.
10. Можно ли из жира технического высшего сорта получить ветеринарный жир? Если да, то как и в каком случае?
11. Что называется йодным числом жира и какую порчу жира оно характеризует? Ответ подтвердить реакцией.
12. В чем сущность методики определения йодного числа жира с помощью солянокислого раствора хлористого йода?
13. Зачем при определении йодного числа жира в колбу добавляют серный эфир?
14. Реакция титрования при определении йодного числа жира.
15. Какой индикатор применяется при определении йодного числа жира, их роль?
16. Зачем и как проводят контрольный опыт при определении йодного числа?
17. Расчетная формула при определении йодного числа, обозначения в ней.
18. Что показывает и как выводится коэффициент 0,01269 в формуле для расчета йодного числа жира?

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.33/41

19. При определении йодного числа жиров одинаковых навесок пошло из пробы 1-го танка 40 мл 0,1 н раствора в контрольном опыте и 30 мл в рабочем, а из пробы 2-го танка соответственно 40 мл в контрольном и 20 мл в рабочем, качество какого жира выше и почему. Ответ подтвердить расчетами.

20. Как приготовить 1 л 10% раствора йодистого калия, если плотность этого раствора 1,1 г/см³.

21. Порядок приготовления 0,5 л 0,1 н раствора тиосульфата натрия.

22. Порядок приготовления 2 л 0,1 н раствора КОН.

23. Как приготовить 100 см³ 1 %-ного раствора крахмала, если его плотность равна 1,1 г/см³.

Методические указания к работе:

Химические методы оценки качества жира проводят по ГОСТ 7636-85.

Все окончательные результаты берутся как среднее арифметическое двух параллельных опытов (кроме определения влаги методом отгонки в аппарате Дина и Старка).

Определение влаги отгонкой в аппарате Старка

Сущность метода: Отгонка влаги из навески жира вместе с парами растворителя в аппарате для отгонки.

Проведение испытания: В круглодонную колбу отвешивают с точностью до 0,01 г 10-15 г жира с таким расчетом, чтобы отогнанная влага составляла не более 10 мл, т.е. не более емкости приемника-ловушки, прибавляют 80 мл растворителя (толуола) и перемешивают содержимое колбы.

В колбу бросают несколько кусочков неглазурованного фаянса и присоединяют колбу при помощи шлифа к отводной трубке приемника, пришлифованное горло которого соединяют со шлифом холодильника.

Колбу нагревают до интенсивного кипения ее содержимого и поддерживают в таком состоянии до окончания определения.

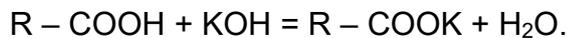
Перегонку прекращают, когда объем воды в приемнике перестает увеличиваться и когда верхний слой растворителя в ловушке-приемнике станет совершенно прозрачным. Прибору дают остыть до комнатной температуры, после чего производят замер объема воды в приемнике.

Определение кислотного числа методом нейтрализации

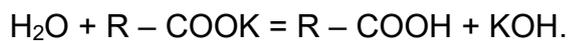
МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.34/41

Сущность метода: Заключается во взаимодействии свободных жирных кислот, содержащихся в жире со щелочью (реакция нейтрализации).

Реакция нейтрализации протекает по уравнению:



При титровании во избежание гидролиза мыла количество спирта, вносимое с эфиром, должно в пять раз превышать количества израсходованного раствора щелочи. При недостатке спирта происходит гидролиз мыла, искажающий результаты титрования:



В результате гидролиза появляется свободная щелочь. При определенной концентрации щелочи в растворе фенолфталеин переходит в окрашенное состояние, этот момент признается концом титрования. Титрование ведут до появления устойчивого малинового окрашивания, не исчезающего в течение двух минут.

Кислотное число характеризует степень гидролиза. Кислотным числом называют количество миллиграммов едкого калия, необходимое для нейтрализации свободных кислот, содержащихся в 1 грамме жира.

Определение йодного числа с помощью солянокислого раствора хлористого йода

Степень непредельности жира и жирных кислот характеризуется йодным числом. Йодным числом называют количество граммов йода, вступающих в химическое соединение со 100 г жира.

Сущность метода: Метод основан на применении водного солянокислого раствора хлористого йода, который количественно присоединяется к жиру по месту двойных связей жирных кислот:



Часть йода связывается кислотами, содержащимися в жире, а избыток реагирует с йодистым калием с выделением свободного йода:



Выделившийся йод титруют $Na_2S_2O_3$ в присутствии крахмала и хлороформа до исчезновения синего окрашивания: $I_2 + Na_2S_2O_3 = 2NaI + Na_2S_4O_6$

Хлороформ ускоряет титрование, так как освобождает йод, адсорбированный йодированным жиром.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.35/41

Проведение испытания: В коническую колбу с хорошо притертой стеклянной пробкой вместимостью 250 см³ отвешивают с абсолютной погрешностью 0,0001 г 0,08 – 0,12 г профильтрованного жира.

Для растворения жира в колбу приливают 3 мл серного эфира и добавляют из бюретки 25 см³ 0,2 н солянокислого раствора хлористого йода.

Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют стоять 5–15 минут в темном месте, затем вносят 10 см³ 10 %-ного раствора йодистого калия, 50 см³ дистиллированной воды. Выделившийся йод титруют 0,1 н раствором Na₂S₂O₃ до светло-желтого цвета.

К раствору прибавляют 1 см³ 1 %-ного свежеприготовленного крахмала и продолжают титровать до исчезновения синего окрашивания.

Одновременно с рабочим определением проводят, строго придерживаясь тех же условий, контрольное определение без навески жира.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Исследуемый образец _____
 Вид и сорт жира _____
 должен отвечать требованиям НД _____
 № документа и название _____

Массовую долю влаги в жире и химические показатели качества жира определяют по ГОСТ 7636-85.

Опыт 1 Определение массовой доли влаги в жире отгонкой в аппарате Дина и Старка

Сущность метода: _____

Рисунок аппарата Дина и Старка _____

ТАБЛИЦА 1 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

Определяемая характеристика	Обозначение	Результаты опыта
Навеска жира, г	$M_{ж}$	
Объем влаги в ловушке прибора, см ³	V	
Масса влаги, г	$M_{в} = \rho_{в} \cdot V = 1 \text{ г / см}^3 \cdot V$	
Массовая доля влаги в жире, %	$X = M_{в} \cdot 100 / M_{ж}$	

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

Вывод: Массовая доля влаги в образце жира соответствует (не соответствует) требованиям НД _____

Опыт 2 Определение кислотного числа жира

Сущность метода: _____

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.36/41

Реакции титрования: _____

ТАБЛИЦА 2 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

Определяемая характеристика	Обозначения	Опыт 1	Опыт 2
Масса пустой колбы, г	M_1		
Масса колбы с жиром, г	M_2		
Масса навески жира, г	$M = M_2 - M_1$		
Объем 0,1 н раствора КОН израсходованного на титрование, см ³	A		
Кислотное число жира, мг КОН на 1 г жира	X		

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение $X = (X_1 + X_2) / 2$ результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 мг КОН.

Кислотное число в мг КОН/1 г жира рассчитывают по формуле

$$X = A \cdot 5,61 \cdot K / M,$$

где 5,61 – количество мг КОН, содержащееся в 1 мл 0,1 н раствора КОН;

K – поправочный коэффициент на точно 0,1 н КОН (см. на склянке с раствором).

Вычисления проводят до второго десятичного знака. Результат округляют до первого десятичного знака.

Вывод: по показателю «кислотное число» соответствует (не соответствует) требованиям НД _____

Опыт 3 Определение йодного числа

Сущность метода: _____

Уравнение реакции: _____

ТАБЛИЦА 3 – РЕЗУЛЬТАТЫ ОПЫТА

Определяемая характеристика	Обозначения	Опыт 1	Опыт 2
Масса пустой колбы, г	M_1		
Масса колбы с жиром, г	M_2		
Масса навески жира, г	$M = M_2 - M_1$		
Объем 0,1 н раствора $Na_2S_2O_3$ израсходованного на титрование в рабочем опыте,	B		

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.37/41

см ³			
Объем 0,1 н раствора Na ₂ S ₂ O ₃ израсходованного на титрование в контрольном опыте, см ³	A		
Йодное число жира, г йода на 100 г жира	X		

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение $X = (X_1 + X_2) / 2$ двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 3 г. Вычисление проводят до целой единицы.

Йодное число жира рассчитывают по формуле

$$X = (a - e) \cdot K \cdot 0,01269 \cdot 100 / M,$$

где K – поправочный коэффициент на точно 0,1 н раствор Na₂S₂O₃ (см. на склянке с реактивом);

0,01269 – количество йода, соответствующее 1 мл 0,1н раствора Na₂S₂O₃;

$$0,01269 = \mathcal{E}_{\text{йода}} \cdot N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} / 1000 = 126,9 \cdot 0,1 / 1000.$$

Заключение о качестве: (о соответствии качества исследуемого образца жира требованиям НД) _____

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.38/41

Лабораторное занятие № 6. Колориметрические методы анализа пищевых продуктов

Цель работы:

- изучить и освоить методику работы на фотоэлектроколориметре и обработку результатов испытаний;
- формирование компетенций ОК 01-07, ОК 09, ПК 2.1-2.6.

Используемые источники: [2], [3], [4], [6], [7], [8], [10].

Теоретическая часть:

Фотоэлектроколориметрия основана на поглощении света определяемым веществом в видимой области спектра 400-760 нм. Она является разновидностью молекулярно-абсорбционной спектроскопии. Измерения проводят с помощью фотоэлектроколориметров (ФЭК). Излучения видимой области спектра поглощают только окрашенные соединения. Поэтому метод фотоэлектроколориметрии применяют для анализа окрашенных растворов. Если исследуемое вещество не окрашено, его можно анализировать фотоэлектроколориметрически, предварительно переведя его в окрашенное соединение путем проведения химической реакции с определенными реагентами (так называемой фотометрической аналитической реакции).

Основные элементы ФЭКа: корпус, корзина с двумя кюветами, монохроматизирующий фильтр, панель управления с точной и грубой регулировкой чувствительности, измеритель с линейной шкалой пропускания и логарифмической абсорбцией, источник света.

Принцип действия ФЭКа заключается в объективном измерении величины абсорбции (оптической плотности) и величины передачи монохроматического света в цветных растворах.

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с устройством и принципом работы на фотоэлектроколориметре.

2 Изучить методику определения цвета жира колориметрическим способом по ГОСТ 7636-85.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.39/41

3 Выполнить колориметрические определения образцов жира, произвести обработку результатов испытаний, сделать заключение.

4 Оформить отчет по работе.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета (протокола испытаний):

Номер и название лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец, нормативный документ

Результаты исследования

Заключение о качестве (сортности)

Дата выполнения, подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самоконтроля:

1. Дать определение физическим и химическим методам анализа.
2. Что понимают под оперативными и арбитражными методами анализа?
3. Что определяют в физико-химических методах анализа?
4. Назовите преимущества физико-химических методов анализа.
5. В чем сущность фотоэлектроколориметрии? Устройство и принцип действия фотоэлектроколориметра.
6. Какие виды относят к электрохимическим методам анализа?
7. Перечислить виды оптических методов физико-химического анализа.
8. Назовите приборы, используемые в оптических и электромеханических методах анализа.

Проведение колориметрического исследования

Сущность метода: _____

Проведение анализа. Пробу анализируемого жира при необходимости нагревают до температуры, при которой предусмотрено определение его прозрачности и фильтруют через бумажный фильтр. Профильтрованный жир наливают в кювету с рабочей длиной 10 мм (в зависимости от цвета жира) и определяют оптическую плотность при длине волны 440 нм по сравнению с пустой кюветой. Если после фильтрации жир остается непрозрачным, его нагревают до 40 °С.

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.40/41

Перед заполнением кюветы новой порцией жира и после окончания измерения его оптической плотности кювету промывают спирто-эфирной смесью (1:2) и высушивают.

Обработка результатов. Оптическую плотность E_1 , в относительных единицах, характеризующую цвет жира, вычисляют по формуле

$$E_1 = E / \ell,$$

где E – оптическая плотность исследуемого жира;

ℓ – рабочая длина кюветы, мм.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,015 относительных единиц.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака.

Цвет жира, соответствующий полученному значению оптической плотности, устанавливают по таблице 1.

Таблица 1

Цвет жира	Величина оптической плотности, E_1
Светло-желтый	До 0,6
Желтый	Св. 0,6 до 0,8
Темно-желтый (или светло-коричневый)	Св. 0,8 до 2,0
Коричневый	Св. 2,0 до 3,0
Темный	Св. 3,0

Результаты испытаний занести в таблицу 2.

Таблица 2

№ пробы	Исследуемый жир	Светофильтр ρ	Длина волны, нм	Оптическая плотность, E_1	Цвет
1	технический				
2	ветеринарный				
3	пищевой				

Заключение о качестве (о соответствии качества исследуемого образца жира требованиям ГОСТ по «цветности»):

МО-35 02 10-ПМ.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	Организация и ведение технологических процессов производства кормовой и технической продукции из водных биоресурсов.	С.41/41

Список использованных источников

Основные печатные издания

1. Бредихина, О. В. Научные основы производства рыбопродуктов [Электронный ресурс] : учебное пособие / О. В. Бредихина, С. А. Бредихин, М. В. Новикова. - 2-е изд. - Санкт-Петербург : Лань, 2020. - 232 on-line. I
2. Технология рыбы и рыбных продуктов [Текст] : учебник для вузов / С. А. Артюхова, В. В. Баранов, Н. Э. Бражная ; ред. А. М. Ершов. - М. : Колос, 2010
3. Бредихин, С. А. Технологическое оборудование рыбоперерабатывающих производств [Текст] : учебное пособие для вузов / С.А. Бредихин, И.Н. Ким, Т.И. Ткаченко . - М. : Моркнига, 2013
4. Волченко, В. И. Методы исследования рыбы и рыбных продуктов [Электронный ресурс] : учебное пособие / В. И. Волченко, О. А. Николаенко, Ю. В. Шокина. - 2-е изд., испр. и доп. - Санкт-Петербург : Лань, 2020. - 148 on-line
5. Галкина Н.В. Технохимический контроль производства рыбы и рыбных продуктов. – М.: Колос, 2009

Основные электронные издания

1. . ЭБС «Book.ru», <https://www.book.ru>
2. ЭБС « ЮРАЙТ» <https://www.biblio-online.ru>
3. ЭБС «Академия», <https://www.academia-moscow.ru>
4. Издательство «Лань», <https://e.lanbook.com>
5. Электронно-библиотечная система «Университетская библиотека онлайн», <https://www.biblioclub.ru>
6. ЭБС «НЭБ», <https://rusneb.ru>
7. ЭБС « Znaniium», <https://znaniium.com>

Дополнительные источники *(при необходимости)*

1. Периодические издания
Журнал «Рыбное хозяйство»;
Журнал «Морские вести России»;
Журнал «Морской Флот»;
Журнал «Стандарты и качество».