

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ
КЫРГЫЗСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
им. И. РАЗЗАКОВА

Кафедра «Технология производства продуктов питания»

**БЕЗОПАСНОСТЬ ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ И
ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ**

Методические указания по выполнению лабораторных работ для
студентов направления 552.401
«Технология сырья и продуктов растительного происхождения»

Бишкек 2011



Одобрено
на заседании кафедры
«ТНПП»

Прот. № __ от _____ 2011 г.

Одобрено
Методической комиссией
ТФ

прот. № __ от _____ 2011 г.

УДК.:

Составитель: **ХАЛМУРЗИНА М. Д.**

Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания: Методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов направления 552.401 «Технология сырья и продуктов растительного происхождения» (для студентов высших учебных заведений)/ КГТУ им. И. Раззакова; Сост.: М. Д. Халмурзина. – Б.: ИЦ «Текник», 2011 г. – 28 с.

Приведены краткие теоретические сведения и методика проведения лабораторных работ по курсу «Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания», направленных на освоение методов определения тяжелых металлов, токсичных элементов для хлеба, макаронных и кондитерских изделий.

Предназначены для выполнения лабораторных работ студентами 4 курса дневной и 5 курса заочной формы обучения по направлению 552.401 «Технология сырья и продуктов растительного происхождения», специальности 552.401.02 «Технология хлеба, макаронных и кондитерских изделий».

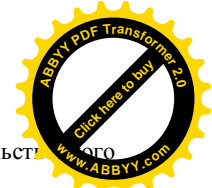
Табл.: 9, формул: 14, Библиогр.: 6 назв.

Рецензент - _____



Список используемой литературы

1. Донченко Л.В., Надыкта В.Д. Безопасность пищевого сырья и продуктов питания. - М.: Пищепромиздат, 1999. - 531 с.
2. Лурье И. С., Шаров А. И. Технохимический контроль сырья в кондитерском производстве. М.: Колос, 2001. – 352 с.
3. Булатов М.И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа.-Л.: Химия, Ленинградское отделение, 1986.- 432с.
4. Егоров Г. А., Гончарова З.Д., Петренко Т. П. Практикум по технохимическому контролю производства хлебопродуктов. - М.: Колос, 1980. - 191 с.
5. Лурье И. С. Технология кондитерского производства. - М.; Агропромиздат, 1992.-396 с.
6. Булдаков А.С. Пищевые добавки: Справочник.- СПб., 1996.-240с.



Введение

Предлагаемые лабораторные работы по курсу «Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания» составлены исходя из программы курса для данной дисциплины и тех часов, которые отводятся для лабораторных работ по учебному плану (16 часов). Они предназначены для студентов направления 552.401 «Технология сырья и продуктов растительного происхождения» и, в частности, для студентов специальности 552.401.02 «Технология хлеба, макаронных и кондитерских изделий».

В данных методических указаниях последовательно изложены теоретические сведения, ход работы.

Лабораторные работы выполняются каждым студентом индивидуально, либо по подгруппам.



Лабораторная работа № 1

Определение токсичных элементов.

Цель работы: проверка наличия допустимых количеств токсичных элементов в пищевых продуктах. Освоить методы определения токсичных элементов в пищевых продуктах химическими способами.

Теоретические сведения

Вареньем называют консервированные варкой с сахаром или в сахарном сиропе целые или разделенные на дольки плоды и ягоды. В отличие от джема и повидла плоды и ягоды в варенье не должны утрачивать свою форму или вид, в каком они были подготовлены к варке (в целом виде, дольками или кусочками).

Варенье изготавливают из свежих, замороженных или сульфитированных плодов и ягод с упариванием в сахарном или сахарно-паточном сиропе.

Варенье подразделяют в зависимости от применяемого при его изготовлении сырья - плодов и ягод. В варенье из яблок, черешни, крыжовника, винограда, клюквы, дыни, инжира, грецких орехов можно вводить ванилин, в варенье из брусники и грецких орехов - гвоздику. В варенье из грецких орехов, брусники и клюквы разрешается вводить корицу, а в варенье из грецких орехов - кардамон. Введение искусственных красителей и эссенций не допускается.

В зависимости от способа изготовления варенье вырабатывают стерилизованным и нестерилизованным способами. По качественным показателям варенье подразделяется на три сорта: экстра, высший и I. К сорту экстра может быть отнесено только варенье, приготовленное из свежих или замороженных плодов и ягод с возвратом при варке ароматических веществ. Варенье, приготовленное из сульфитированных плодов и ягод, фасованное в бочковую тару или изготовленное из вишни и черешни с косточкой, а также приготовленное из дикорастущих яблок, должно оцениваться не выше I сорта.

Варенье следует хранить в чистых, сухих, хорошо вентилируемых складах при температуре 0-20°C (стерилизованное) и 10-20°C (нестерилизованное) и относительной влажности воздуха не выше 75 %.

По органолептическим показателям варенье должно удовлетворять следующим требованиям: по внешнему виду - плоды или части плодов варенья должны быть равномерны по величине (в I сорте могут быть неравномерные), несморщенные (в I сорте допускается 15 % сморщенных). Плоды или части плодов должны сохранять свою форму и быть равномерно распределены в сахарном сиропе. В I сорте допускается до 25 %

только после этого прекращают подачу диоксида углерода.

Если определение образовавшейся серной кислоты предполагается проводить весовым способом, то содержимое обоих сосудов приемника сливают в стакан, если же объемным - то содержимое сливают в коническую колбу. Оба сосуда и изогнутую пипетку обмывают дистиллированной водой в количестве по 5 см³ и смывы сливают в ту же емкость. При определении образовавшейся серной кислоты весовым методом к содержимому стакана приливают 1 см³ концентрированной соляной кислоты и 5 см³ 10%-го раствора хлорида бария. Жидкость в стакане нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин, а затем оставляют в покое на теплой песочной бане 3-4 ч, прикрыв стакан часовым стеклом. Когда раствор над осадком в стакане будет совершенно прозрачным, содержимое фильтруют через плотный беззольный фильтр (с синей полосой). Осадок из стакана количественно переносят на фильтр, промывают несколько раз дистиллированной водой, сушат, сжигают его во взвешенном тигле и прокаливают. Прокаленный остаток в тигле (белого цвета) взвешивают на аналитических весах. Массовая доля общей сернистой кислоты в пересчете на SO₂ (%), определенная весовым методом,

$$C = (m_1 - m_0)0,274 * 100 / m; \quad (13)$$

где m₁ - масса тигля с прокаленным осадком, г; m₀ - масса пустого прокаленного тигля, г; 0,274 - коэффициент пересчета сульфата бария на SO₂; m - масса навески объекта исследования, г.

При определении количества образовавшейся серной кислоты объемным способом в коническую колбу добавляют 3 капли индикатора бромфенолового синего и титруют серную кислоту 0,01 н. раствором гидроксида натрия или калия.

Массовая доля общей сернистой кислоты в пересчете на SO₂ (%), определенная объемным методом,

$$C = 0,32 V * 100 / (m * 1000), \quad (14)$$

где: 0,32 — количество SO₂, соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора натрия или калия, мг; V — количество 0,2 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование серной кислоты, см³; m — масса навески исследуемого продукта, г.

На основании полученных данных студент должен самостоятельно сформулировать выводы и сделать заключение по работе.

Контрольные вопросы

1. Факторы влияющие на токсинообразования?
2. Методы определения влаги?
3. Механизм детоксикации ксенобиотиков?
4. Классификация сушеного винограда (изюма)?



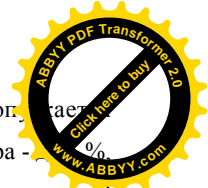
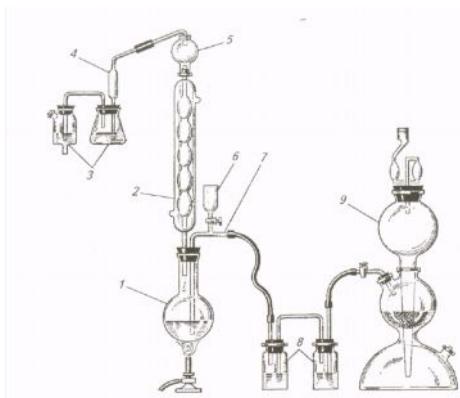


Рис. 1. К верхнему концу тройника присоединяют капельную воронку 6 так, чтобы жидкость из нее стекала в реакционную колбу 1. Третий конец тройника соединяют через две промывные склянки 8с. аппаратом Кипа 9.



5. Рис. 1. Прибор для определения массовой доли SO₂

Диоксид углерода для очистки промывают 5%-м раствором сульфата меди и таким же раствором карбоната натрия. Для этого после источника оксида углерода (баллон с газом или аппарат Кипа, загруженный кусочками мрамора и 10%-й серной кислотой) устанавливают две промывные склянки 8.

В реакционную колбу вводят 250см³ дистиллированной воды, закрывают ее и в течение 5 мин пропускают оксид углерода для вытеснения находящегося в колбе воздуха. Затем быстро, не прекращая тока оксида углерода, в реакционную колбу количественно переносят навеску предварительно измельченного и тщательно перемешанного объекта исследования массой около 25 г, взвешенного с точностью до ± 0,01 г. Навеску измельченного объекта исследования удобно взвешивать по разности. Для этого вместе с тарой взвешивают навеску, масса которой несколько больше 25 г. Навеску вносят почти полностью в реакционную колбу, а остаток вместе с тарой снова взвешивают. Массу навески для расчета результата анализа определяют по разности двух взвешиваний. При введении навески таким способом реакционная колба открыта минимальное время. Закрыв пробкой колбу, зажигают под ней горелку или включают электроплитку. Через капельную воронку спускают в реакционную колбу 20см³ 10%-й соляной кислоты промывают воронку, пропуская через нее в ту же колбу 10-20 см³ дистиллированной воды, и закрывают кран воронки. Ток оксида углерода регулируют так, чтобы в приемнике можно было сосчитать отдельные его пузырьки. После кипения жидкости в реакционной колбе в течение 1 ч прибор разъединяют на стыке изогнутой пипетки с насадкой Кьельдаля,

плодов с треснувшей кожицей. В варенье, приготовленном без косточек, допускается некоторое количество плодов с оставшейся косточкой, а именно: в сорте экстра - в высшем - до 5, а в I - до 12 %. Вкус варенья должен быть сладким или кисло-сладким. В варенье из citrusовых плодов и рябины обыкновенной допускается легкая горечь, свойственная этим плодам. Вкус и запах для сорта экстра должны быть ярко выраженные натуральные, а для высшего и I сортов - только свойственные плодам или ягодам, из которых изготовлено варенье. Для I сорта допускается менее выраженные вкус и запах, незначительный привкус карамелизованного сахара. Цвет варенья должен быть однородный, близкий к цвету плодов и ягод, из которых изготовлено варенье.

По консистенции плоды должны быть мягкие, хорошо проваренные, но неразваренные. В I сорте допускается не более 15 % плодов, недостаточно проваренных и разваренных. В варенье из черники, голубики, земляники (клубники), малины допускаются разваренные плоды в количестве: для сорта экстра не более 20 %, соответственно для высшего и I сортов не более 25 и 35 %. Сироп не должен желироваться. В сиропе варенья из некоторых видов плодов и ягод (айва, алыча, кизил, клюква, земляника, клубника, слива, черника и др.) допускается легкое желирование. При этом сироп должен быть прозрачный. Только в сиропе варенья из смородины, черники, брусники, рябины допускается незначительное количество взвешенных частиц.

По физико-химическим показателям варенье должно соответствовать нормам, указанным в табл. 1

Таблица 1

Показатель	Норма
Массовая доля сухих веществ и варенье (по рефрактометру), %, не менее:	
стерилизованном	68
нестерилизованном	0
Массовая доля сахара в варенье (в пересчете на ннвертныи), %, не менее:	
стерилизованном	62
нестерилизованном	65
Массовая доля плодов или ягод в варенье, %	45-55
Массовая доля общей сернистой кислоты (в пересчете на SO ₂), %, не более	0,01
Массовая доля солей тяжелых металлов, %, не более:	
олова	0,02
меди	0,001
свинца	Не допускается
Посторонние примеси и засахаривание	Не допускаются



Методика определения

Отбор проб для анализа

Отбор проб для анализа проводят от однородной партии. При этом под однородной партией подразумевают количество варенья одного вида и сорта, в таре одного типа и размера, одной даты и смены выработки, изготовленное одним предприятием. При отборе пробы выделяют исходную пробу, которая является совокупностью отдельных точечных проб, отбираемых от каждой единицы упаковки (ящика, бочки и т. п.). Из исходной пробы выделяют среднюю пробу, которая предназначена для лабораторного анализа.

Для вскрытия и составления исходной пробы от партии из разных мест выделяют определенное количество единиц упаковки, а именно: если варенье фасовано в тару жестяную, стеклянную или из полимерных материалов с количеством единиц упаковки менее 500, то вскрывают 3 % мест, но во всех случаях не менее 5 мест.

При упаковке варенья в бочки вскрывают 3 % их количества, но во всех случаях не менее трех бочек. При этом точечные пробы проводят из разных мест: верхнего, среднего и нижнего слоев в количестве от каждого места (бочки) не менее 200 г. Если же проба отбирается от фасованного варенья, то из вскрытых единиц упаковки отбирают различные количества (штук или банок) фасованного продукта. Количество банок зависит от массы нетто единицы фасовки. Если масса нетто до 1000 г, то отбирают из каждого вскрытого места 10 единиц фасовки, если масса нетто от 1000—3000 г, то отбирают 5 единиц, а если более 3000 г – то 2 единицы. Точечные пробы отдельных единиц объединяют в среднюю пробу.

Среднюю пробу составляют из исходной по-разному в зависимости от того, была ли исходная проба в фасованном виде или нет. В случае составления средней пробы из фасованной продукции отбирают количество единиц фасовки в соответствии с табл. 2, которые используют для физико-химического, бактериологического анализа и органолептической оценки.

Прибор разогревают так, чтобы после помещения образца температура была 150-152°C.

Готовят пакетик из листа бумаги размерами 20 x 14 см, края загибают на 1,5 см. Пакетики высушивают в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Берут две навески испытуемого образца массой 3-4 г, взвешенные с точностью до $\pm 0,01$ г. Навески помещают в пакеты и распределяют ровным слоем. Затем пакеты закрывают, помещают в прибор и выдерживают при температуре 150-152°C в течение мин. После этого охлаждают в эксикаторе, а затем взвешивают. Результат анализа - массовую долю влаги рассчитывают по формуле (12), где вместо массы бюкса соответственно подставляют массу пакетиков.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,3 %.

Определение массовой доли сернистого ангидрида

Основой метода является выделение из объекта исследования диоксида серы при нагревании под воздействием соляной кислоты в токе оксида углерода. Выделенный диоксид серы окисляется раствором пероксида водорода в серную кислоту. Количество серной кислоты, эквивалентное содержанию сернистой кислоты, определяют двумя способами: весовым - осаждением серной кислоты в виде ее бариевой соли и объемным - титрованием образовавшейся серной кислоты раствором гидроксида натрия или калия.

Реактивы: пероксид водорода, 3%-й раствор, не содержащий серной кислоты; бромфеноловый синий, 1%-й раствор; сульфат меди, 5%-й раствор; карбонат натрия, 5%-й раствор; кислота соляная HCl, 10%-й раствор; хлорид бария, 10%-й раствор; гидроксид натрия или калия, 0,01%-й раствор.

Ход анализа.

Для анализа используют специальный прибор, изображенный на рис. 1. Круглодонная реакционная колба 1 вместимостью около 500 см³ закрыта пробкой с двумя отверстиями. В одно отверстие вставлен шариковый холодильник 2, расположенный вертикально. Выходной конец холодильника соединен через насадку Кьельдаля 5 и изогнутую пипетку 4 на 50 см³ с двумя промывными склянками 3, которые заполняют 3%-м пероксидом водорода, не содержащим серной кислоты: в первую склянку вводят 15 см³, во вторую - 10 см³. В каждую склянку, кроме того, вводят по три капли 0,1%-го раствора бромфенолового синего. Во второе отверстие пробки реакционной колбы вставляют стеклянную трубку, доходящую почти до дна колбы. Второй конец трубки соединяют с





Притягиваемые магнитом металл и магнитные примеси осторожно снимают и переносят на предварительно взвешенное часовое стекло. Операцию повторяют несколько раз. Перед каждым извлечением пробу смешивают и снова разравнивают. Испытание заканчивают, когда к магниту перестанут притягиваться частицы металломагнитных примесей.

После извлечения металломагнитных примесей пробу рассматривают под лупой для обнаружения частиц металла, не притягиваемых магнитом. Такие примеси извлекают пинцетом и присоединяют к примесям, извлеченным магнитом. Собранные на часовое стекло все металломагнитные примеси взвешивают с точностью до $\pm 0,0001$ г.

Для определения величины частиц в наибольшем линейном измерении металломагнитные примеси переносят на специальную измерительную сетку с ячейками размерами 0,3x0,3мм и рассматривают под лупой с 5-10-кратным увеличением.

Массовая доля металломагнитных примесей (%)

$$M = a * 10^{-4}; \quad (11)$$

где: a - масса металломагнитных примесей, мг.

Определение массовой доли влаги

Этот анализ проводят двумя методами: в сушильном шкафу и ускоренным на приборе ВЧ.

А. Высушивание в сушильном шкафу. Выделенный из средней пробы образец освобождают от веточек и тщательно перемешивают. Часть его массой не менее 50 г быстро измельчают так, чтобы не оставалось кусочков размером более 2 мм в каждом измерении. Измельченную массу помещают в бюкс с плотно закрытой крышкой.

В чистые, сухие, заранее взвешенные бюксы берут две навески массой 5-6 г, взвешенные с точностью до $\pm 0,01$ г, и помещают в сушильный шкаф. Шкаф должен быть предварительно разогрет до температуры 98-100°C. Сушат в течение 4 ч (для изюма и чернослива), в течение 6 часов (для кураги), охлаждают в эксикаторе в течение 15-20 мин и взвешивают.

Массовую долю воды (%) находят по формуле (12).

$$B = (m_1 - m_2) * 100 / (m_1 - m_0); \quad (12)$$

где: m_1 – масса бюксы с навеской до высушивания, г; m_2 – масса бюксы с навеской после высушивания, г; m_0 – масса пустого бюкса.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,3 %.

Б. Ускоренный метод на приборе ВЧ. Подготовку пробы к взятию навески проводят так же, как это изложено в методе А.

Вместимость единицы фасовки, см ³	Количество единиц фасовки, шт.	Вместимость единицы фасовки, см ³	Количество единиц шт.
До 50	17	От 200 до 300	8
От 50 до 100	12	От 300 до 1000	7
От 100 до 200	11	От 1000 до 3000	3

Если вместимость тары для фасовки свыше 3000см³, то для средней пробы берут одну единицу фасовки, из которой сначала отбирают пробу для бактериологических испытаний, а оставшееся количество используют для органолептической и физико-химических оценок.

Если исходная проба составлена из точечных проб, отобранных от нефасованной продукции, то после тщательного перемешивания от нее отбирают 0,5 кг продукта и помещают в чистую сухую банку с плотно подогнанной пробкой. Среднюю пробу направляют в лабораторию для анализа. При необходимости средняя проба сопровождается актом отбора пробы и этикеткой, на которой указываются: предприятие-изготовитель, наименование, сорт и дата изготовления продукта, размер партии, дата отбора средней пробы, должности и фамилии лиц, участвовавших в отборе, номер и наименование транспортного или другого документа, по которому получена продукция.

В лаборатории из средней пробы выделяют точечную пробу. При этом соотношение составных частей определяют во всей массе средней пробы. При наличии во фруктах косточек их предварительно извлекают, а затем массу перемешивают и, если необходимо, твердую часть измельчают на мясорубке или другим способом. Всю массу тщательно перемешивают.

Определение органолептических показателей

В помещении, которое используют для проведения органолептической оценки, не должно быть посторонних запахов. Посуда, используемая для анализа, также не должна иметь посторонних запахов.

Помещения должны быть освещены рассеянным дневным светом или люминесцентными лампами. Освещенность на рабочих местах не должна быть ниже 500 лк. Для анализа следует использовать эмалированную или фарфоровую посуду белого цвета. Ножи и тому подобные предметы должны быть из нержавеющей стали.

Органолептические анализы следует проводить не ранее чем через день после изготовления. Для дегустации каждый дегустатор должен иметь не менее 20 г продукта.



Количество испытуемых образцов не должно превышать 20.

Органолептические показатели определяют в следующей последовательности: внешний вид, запах, консистенция и вкус. При этом по всем показателям дегустатор дает четкое сопоставление с текстом каждого показателя, предусмотренного нормативно-технической документацией, регламентирующей качество.

Количество плодов или частей плодов с дефектами цвета, консистенции, внешнего вида определяют взвешиванием с последующим расчетом их доли, выраженной в процентах.

Определение массовой доли тяжелых металлов

Метод заключается в минерализации навески объекта исследования, разделении металлов при помощи сероводорода и количественном определении каждого компонента.

Реактивы: кислота соляная, 10%-й раствор; 1%-й раствор; раствор 1:1 (по объему); кислота серная; кислота азотная, 10%-й раствор; раствор 1:3 (по объему); кислота уксусная; натрия гидроксид, 10%-й раствор; ацетат натрия, насыщенный раствор, подкисленный уксусной кислотой; йодид калия; тиосульфат натрия, 0,1 н. раствор; аммония тиоцианат (роданид аммония), 10%-й раствор; сульфат меди, 5%-й раствор и типовой раствор; дихромат калия, 5%-й раствор; оксалат аммония, насыщенный раствор; пергидроль; аммиак водный; спирт этиловый; йод, 0,01 н. раствор; алюминий металлический марки А-95 или А-97 мелкозерный или алюминиевая пыль.

Ход анализа.

Определению меди и свинца предшествует минерализация навески объекта исследования путем огневого озоления.

Для определения олова минерализацию рекомендуется проводить путем мокрого сжигания.

Сущность метода состоит в том, что бумага, пропитанная спиртовым раствором бромной ртути, в присутствии даже очень небольших количеств олова окрашивается в желтый цвет, при увеличении концентрации олова – в коричневый цвет.

Определению предшествует разрушение органического вещества - минерализация (мокрое сжигание).

Навеску варенья массой 40 г помещают в колбу Кьельдаля вместимостью 250-500см³, прибавляют 25см³ 10%-й азотной кислоты, перемешивают и оставляют на 10 мин в покое. После этого в колбу приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты. После указанным

в табл. 9.

В черносливе не допускаются признаки спиртового брожения, наличие плесени, видимой невооруженным глазом, вредителей, их личинок и куколок.

Таблица 9

Показатель	Норма для сорта	
	I	II
Массовая доля влаги, %, не более	25	25
Количество плодов, шт. в 1 кг, не более	120	250
Примесь плодов, % (по счету), не более:		
С механическими повреждениями	7	20
Пятнистых и поврежденных вредителями	5	15
Недозревших	-	10
Засоренность плодоножками, веточками и т.п., % (по массе), не более	0,1	0,2

Методика определения.

Отбор проб для анализа

Отбор проб проводят от отдельной однородной партии. При этом под однородной партией понимают определенное количество изюма (сушеного винограда), кураги, чернослива одного вида, сорта, способа обработки упакованного в однородную тару, выработанного одним заводом или заготовленного одной организацией, предназначенного к одновременной сдаче, приемке или осмотру.

Для получения исходного образца от партии с количеством мест до 100 единиц отбирают не менее 3 единиц упаковки, а от партии свыше 100 единиц на каждые полные или неполные 100 единиц - дополнительно по одной единице упаковки. Если тара повреждена, то отбирают пробы отдельно, а количество отбираемых единиц удваивают. Выбор единиц упаковки для вскрытия проводят равномерно из верхних, нижних и средних рядов штабеля. Из каждой вскрытой единицы упаковки отбирают 0,5-1 кг продукта. Если продукт расфасован, то отбирают такое количество единиц фасовки из каждого вскрытого места, чтобы общая масса была также 0,5-1 кг.

Общая масса исходного образца зависит от количества мест партии. Если это количество до 500, то общая масса должна быть около 5 кг, если более - то около 10 кг.

Отобранные для вскрытия единицы упаковки тщательно проверяют на зараженность амбарными вредителями: снаружи до вскрытия, внутри после вскрытия и упаковочный материал (бумага, целлофан и др.). При наличии бабочек, гусениц, личинок,

Таблица 8

Показатели	Норма для кураги			
	окуренной		неокуренной	
	резаной	рваной	резаной	рваной
Размер по наибольшему поперечному диаметру, мм, не менее	25	20	20	20
Половинки плодов, % (по счету), не более: неодинаковые по цвету	5	5	Не нормируется	
Рваные	3	-	7	-
Меньшего диаметра	7	7	10	10
С единичными грибковыми поражениями размером 1-2 мм	10	15	20	20
Пораженные вредителями	3	3	10	10
Привяленные и с солнечными ожогами	2	2	10	10
Засоренность косточками с примесью урюка, %, не более	0,1	0,1	0,1	0,1
Массовая доля влаги, %, не более	20	20	20	20
Массовая доля общей сернистой кислоты в пересчете на SO ₂ , %, не более	0,01	0,01	-	-

Чернослив

Представляет собой продукт, получаемый путем высушивания некоторых сортов слив (Венгерка итальянская, Венгерка домашняя и др.).

Для сушки используют спелые мясистые плоды со свободно отделяющейся от мякоти косточкой. Плоды предварительно бланшируют в кипящей воде или слабом растворе поташа (0,5-1,5%) затем промывают в холодной воде и сушат в паровых сушилках 8-10ч при температуре 80 °С. Для придания продукту блеска после сушки, охлаждения и сортировки чернослив погружают в кипящую воду и обрабатывают глицерином.

Товарный чернослив подразделяют на два сорта: I и II.

Чернослив следует хранить в складах, не зараженных вредителями, при температуре 5-20°С и относительной влажности воздуха не выше 70 %. При таких условиях срок хранения 6 мес.

По органолептическим показателям чернослив должен отвечать следующим требованиям.

Вкус кисло-сладкий, ярко выраженный, без посторонних привкусов и запаха.

Цвет однородный, черный, глянцевоый, без подгорелости. Для

II сорта допускаются отсутствие глянца и коричневый или тусклый оттенок.

Консистенция мясистая, для II сорта допускается слабмясистая.

По физико-химическим показателям чернослив должен соответствовать нормам,

перемешивания колбу помещают на сетку, укрепляют на штативе и устанавливают капельной воронки, заполненной концентрированной азотной кислотой, над центром колбы. Регулируют кран капельной воронки так, чтобы в минуту вытекало 15-20 капель кислоты. После этого начинают нагревание и доводят содержимое колбы до кипения. В процессе сжигания колба должна быть наполнена бурными парами окислов азота.

Если жидкость в колбе начнет темнеть, то следует увеличить приток в колбу азотной кислоты до 30-35 капель/мин; когда жидкость в колбе станет бурой или бесцветной, приток азотной кислоты следует уменьшить до 15-20 капель/мин.

Через 20-30 мин кипения, когда закончится стадия пенообразования, вынимают из-под колбы асбестовый лист и продолжают нагревание колбы на огне так, чтобы он охватывал покрытое жидкостью дно колбы и не касался сухих ее стенок (чтобы колба не лопнула).

Когда жидкость в колбе обесцветится, прекращают подавать в колбу азотную кислоту и кипятят жидкость в ней до выделения белых паров серной кислоты. После этого кипятят еще 10 мин.

Если в течение этого времени жидкость останется бесцветной, считают минерализацию законченной. Если жидкость начнет темнеть, то в нее из капельной воронки по каплям подают азотную кислоту и продолжают минерализацию. Потемнение указывает на то, что не все органические вещества окислились полностью.

Жидкость в колбе Кьельдаля (слабо-желтого цвета или бесцветная) охлаждают, добавляют 25 см³ насыщенного раствора оксалата аммония и кипятят до появления паров сернистого ангидрида. Введение этой соли препятствует окисляющему действию на олово оставшейся азотной кислоты. Олово для последующего определения должно быть в закисной двухвалентной форме.

Далее содержимое колбы снова охлаждают и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 300 см³. Колбу Кьельдаля тщательно ополаскивают 60см³ дистиллированной воды, которую также вносят в основной раствор конической колбы. После охлаждения туда же добавляют 25 см³ концентрированной соляной кислоты. В полученном бесцветном или слабо-зеленоватом растворе затем определяют содержание олова так, как описано ниже.

Определение олова. Определение проводят после мокрого озоления (сжигания) в растворе (см. выше), находящемся в конической колбе вместимостью 300см³. К колбе с исследуемым раствором подбирают резиновую пробку, в



...который сверлят 2 отверстия. В одно отверстие вставляют трубку диаметром 5-6 мм, доходящую почти до дна колбы, в другое вставляют такую же трубку, заканчивающуюся под пробкой для выхода CO₂. Трубку, доходящую до дна колбы, соединяют резиновой трубкой с промывалкой, заполненной 5%-м раствором сульфата меди, для очистки оксида углерода от сероводорода.

Через смонтированную таким образом установку пропускают из баллона диоксид углерода в течение 5 мин для удаления воздуха. Не прекращая тока CO₂, приоткрывают пробку в конической колбе, вносят в нее 0,4-0,5 г алюминия или алюминиевой пыли и снова закрывают колбу пробкой. Через несколько минут, когда бурное выделение водорода ослабевает, колбу нагревают на асбестовой сетке так, чтобы выделение водорода происходило спокойно и жидкость в колбе не кипела. Когда алюминий растворится и олово останется только в виде губчатой массы, жидкость кипятят до полного растворения олова. После этого нагревание прекращают, а ток диоксида углерода усиливают. Для охлаждения колбу погружают в холодную воду, затем прекращают ток CO₂ и в колбу, приоткрыв немного пробку, вносят из пипетки 25 см³ 0,01 н. раствора йода. Все осторожно перемешивают, обмывают бывшие в жидкости стеклянные трубки дистиллированной водой, сливая смыв в ту же колбу. Объем жидкости в колбе должен быть около 200 см³ (рационально заранее на колбе сделать соответствующую отметку). Избыток йода оттитровывают 0,01 н. раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета. Затем добавляют 1 см³ 1%-го раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят «холостой» опыт с теми же количествами реактивов и при тех же условиях, но без раствора навески.

Массовая доля олова (%):

$$C = (V_0 - V_1)0,615 / (m - 10), (1)$$

где V₀ - объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование в «холостом» опыте, см³; V₁ - объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование в рабочем опыте, см³, 0,615 - количество олова, соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, мг; m - масса навески объекта исследования, взятая для анализа, г.

Для огневого озоления (при определении меди и свинца) берут навеску варенья массой 15 г с точностью до ± 0,01 г. При подготовке средней пробы перед взятием навески для этих целей нельзя использовать мясорубку и металлические сита.

Огневое озоление для определения меди и свинца ведут следующим образом. Навеску варенья помещают в небольшую фарфоровую чашку диаметром около 7



Кроме того, курага может проходить специальную заводскую обработку. В зависимости от причины курага подразделяется на курагу заводской обработки и курагу незащищенной от вредителей. В процессе производства курага должна быть подвергнута дезинсекции. Курага, окуренная серой, в зависимости от качества подразделяется на три сорта: высший, I и II; курага неокуренная - только на два сорта: I и II.

Курагу можно получить и из персиков (классификация та же, что и для кураги из абрикосов).

Курагу следует хранить в складах, не зараженных амбарными вредителями, при температуре 5-20 °С и относительной влажности воздуха не выше 70 %. При этих условиях срок хранения 12 мес. со дня выработки.

По органолептическим показателям курага I сорта заводской обработки должна отвечать следующим требованиям.

Курага резаная должна представлять собой половинки абрикоса с удаленной косточкой, правильной формы (округлой или овальной). Допускаются половинки неправильной формы – не более 5 % для окуренной, а для неокуренной - 10 %. Курага рваная должна представлять собой половинки абрикосов с удаленной косточкой.

Цвет однородный: для окуренной кураги от светло-желтого до оранжевого, а для кураги неокуренной от светло-бурого до светло-коричневого.

Вкус и запах натуральные, свойственные абрикосам, без посторонних привкусов и запахов. Консистенция мясистая.

По физико-химическим показателям курага I сорта заводской обработки должна соответствовать нормам, перечисленным в табл. 8.

В кураге всех видов и сортов не допускаются загнившие плоды и плоды, пораженные вредителями хлебных запасов, признаки путового брожения и плесень, видимая невооруженным глазом, насекомые, их личинки и куколки, посторонние примеси, в том числе металлопримеси, песок, ощущаемый органолептически.

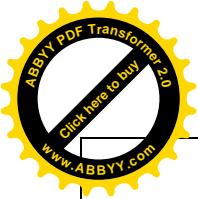


Таблица 7

Показатель	Норма для изюма							
	сояги	сабза	бедона	шигани	гермиан			авлон
					светлый и штабельный	окрашенный	чилиги	
Массовая доля влаги, %, не более	19	19	17	18	19	18	18	19
Массовая доля сернистого ангидрида (для штабельных сортов), %, не более	-	0,01	-	-	0,01	-	-	-
Размер ягод по наибольшему диаметру, мм, не менее	8	8	8	10	18	15	15	-
Количество ягод, % (по счету), не более Меньшего размера	3	5	2	2	5	3	4	-
Недоразвитых, механически поврежденных	5	6*	4	5	5	5	6	-
С плодоножками	4	6* *	4	5	5	5	5	8
Других видов, одинаковых по цвету	0,5	0,5	0,5	0,5	3,0	1,0	1,0	-
Части гребней и другие примеси, %, не более	0,05	0,07	0,05	0,08	0,07	0,05	0,05	0,3
• - для сабзы штабельной – 5 • ** - для сабзы штабельной – 4								

Примечание. Кроме того, не допускаются загнившие и пораженные амбарными вредителями ягоды, признаки спиртового брожения, плесень, насекомые, их личинки, металлопримеси, песок, оглушаемый органолептически, и другие посторонние примеси.

Курага

Курагой называют половинки сушеных абрикосов без косточек. В зависимости от способов обработки курага подразделяется: на курагу резаную (разрезается по бороздке на две отдельные половинки с удалением косточки) и курагу рваную (разрывается на две отдельные половинки с удалением косточки). Оба вида могут при изготовлении окуриваться серой (обработка оксидом серы) и не окуриваться.

см, высушивают на песочной или воздушной бане, а затем осторожно обугливают. Ягоды озоляют на слабом огне или в муфеле, допуская лишь слабо-красное накаление стенок муфеля. В чашку с золой добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и одну каплю пергидроля и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают 2 см³ 10%-й соляной кислоты, добавляют 3 см³ дистиллированной воды и фильтруют через предварительно смоченный дистиллированной водой фильтр в коническую колбу вместимостью около 100 см³. Фарфоровую чашку и фильтр промывают 15 см³ дистиллированной воды в ту же коническую колбу. Полученный раствор используют для разделения и определения меди и свинца.

Медь и свинец разделяют следующим образом. Раствор, полученный после растворения золы, нагревают до 40-50°C и пропускают через него в течение 40-60 мин сероводород. Причем сероводород пропускают через узкую трубку, доходящую до дна колбы. В осадок выпадают сульфиды олова, меди и свинца. Выпавший осадок сульфидов и серы, образовавшийся в результате окисления сероводорода, отделяют центрифугированием в пробирке вместимостью около 10см³. Осадок сульфидов промывают 1%-м раствором соляной кислоты, предварительно насыщенным сероводородом. К промытому осадку сульфидов тотчас же добавляют 5 капель 10%-го раствора гидроксида натрия. Затем нагревают на кипящей водяной бане, разбавляют 10см³ дистиллированной воды и центрифугируют. При большом осадке сульфиды обрабатывают гидроксидом натрия два раза. Центрифугат сливают, а к осадку сульфидов меди и свинца добавляют 5-10 капель смеси концентрированной серной и азотной кислот, взятых в равных количествах, и периодически нагревают на небольшом пламени горелки, осторожно вводя и удаляя пробирку из пламени горелки. Обработку осадка заканчивают после полного удаления паров азотной кислоты и появления белых тяжелых паров серного ангидрида. После охлаждения в пробирку добавляют 0,5-1 см³ дистиллированной воды и такое же количество этилового спирта. Если при прибавлении воды и спирта раствор остается прозрачным, то соли свинца не обнаружены. Если же появилась муть, это еще не свидетельствует о наличии свинца, но необходима контрольная реакция с дихроматом калия. При появлении в растворе мути или выпадении белого осадка сульфата свинца проводят специальные операции для получения растворов для определения меди и, если необходимо, для количественного определения свинца.



Раствор для определения меди получают в результате центрифугирования. Раствор собирают в маленькую фарфоровую чашку. Осадок промывают 2-3 раза небольшим количеством (около 10 см³) этилового спирта, разбавленного водой в соотношении 1:1, приливая промывные воды к раствору в фарфоровой чашке. Этот раствор выпаривают досуха на водяной бане, охлаждают и вводят 1-5 капель 25%-го раствора аммиака. Появление очень слабого голубого окрашивания указывает на наличие следов меди (меньше 0,1 мг) во взятой навеске. При более интенсивном окрашивании добавляют 1-2 см³ дистиллированной воды. Если раствор оказался мутным (от гидрата окиси железа), то добавляют приблизительно такое же количество 25%-го раствора аммиака, которое имеет весь раствор. Затем осадок отделяют центрифугированием, сливая раствор в мерный цилиндр объемом 10 см³. Осадок в пробирке промывают 1-2 раза небольшим количеством дистиллированной воды, содержащей около 1 % аммиака. Промывную жидкость приливают к раствору в мерном цилиндре и доводят дистиллированной водой до определенного объема. Полученный раствор используют в дальнейшем для определения меди.

Из осадка сульфата свинца, оставшегося в центрифужной пробирке до введения аммиака, готовят раствор, добавляя 1 см³ насыщенного раствора ацетата натрия, слабо подкисленного уксусной кислотой. Раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 5-10 мин, добавляют 1 см³ дистиллированной воды и фильтруют через маленький фильтр, смоченный предварительно дистиллированной водой. Фильтрат собирают в мерный цилиндр объемом 10 см³. Пробирку и фильтр промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды, собирая промывные воды в тот же цилиндр. К раствору в цилиндре добавляют дистиллированную воду до 10 см³ и хорошо перемешивают. Для проверки наличия свинца 5 см³ раствора из цилиндра сливают в центрифужную пробирку, добавляют 3 капли 5%-го раствора дихромата калия и хорошо перемешивают. Если раствор остается прозрачным в течение 10 мин, то свинец не обнаружен. При наличии в растворе свинца появляется желтая муть хромата свинца.

Определение меди. Для определения меди часть или весь раствор (см. выше) в зависимости от качественной реакции переносят в пробирку для колориметрирования с делениями на 5, 10, 15 см³ или в обыкновенные пробирки с метками для тех же объемов. В три другие пробирки, одинаковые с первой, наливают типовой раствор меди, содержащий 0,1; 0,3; 0,5 мг меди, или столько же (см³) стандартного раствора. Затем во все четыре пробирки вносят



штабельная), бедона, шигани, гермиан (светлый, окрашенный, штабельный), авлон. Некоторые виды являются бессемянными (сабза).

Сырье, как правило, перед сушкой подвергают обварке в течение 3-4 с в кипящем слабом 0,3-0,4%-м известково-щелочном растворе, после чего ягоды промывают водой. Иногда кроме обваривания применяют окуривание сернистым газом. Сушку следует проводить в тени или на солнце. Сушка в тени предпочтительнее.

Значительную часть высушенного винограда подвергают обработке на заводах, где его очищают, сортируют по размерам, промывают в воде для удаления пыли, песка и пр., а затем подсушивают.

Изюм выпускают трех сортов: высшего, I и II.

Изюм следует хранить в складах, не зараженных вредителями, в соответствии с санитарными правилами при температуре 5-20 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %. При этих условиях срок хранения изюма 12 мес со дня выработки изготовителем.

По органолептическим показателям к изюму I сорта заводской обработки предъявляются следующие требования. Вкус и запах должны быть сладко-кислым и без посторонних привкусов и запаха.

Цвет изюма зависит от вида и должен быть: для сояги - светлозеленым, сабзы солнечной - от светло-коричневого до коричневого, сабзы штабельной - от светло-зеленого до золотистого, бедоны - коричневым с бурым оттенком, шигани - синевато-черным (допускается примесь красноватых ягод до 15% по счету), гермиана светлого - от светло-зеленого до золотистого, гермиана окрашенного - синевато-черным с примесью красноватых ягод до 15 % по счету, чилиги - бурым с коричневым оттенком, авлона - разным.

По физико-химическим показателям к изюму I сорта заводской обработки предъявляются требования, перечисленные в табл. 7



до температуры 43-45° С, стерильной пипеткой вносят 0,5 мл рабочей культуры, содержимое перемешивают и выдерживают в течение 2 часов на водяной бане при температуре 42-45° С, затем в пробирки вносят по 1 мл 0,05 % - ного раствора резазурина t=18-20° С, тщательно перемешивают и выдерживают в той же бане в течение 15 мин.

При отсутствии в исследуемом молоке ингибирующих веществ содержимое пробирки окрашивается в розовый цвет или остается белым.

При наличии в молоке ингибирующих веществ. Содержимое пробирок приобретает синестальную, сине – фиолетовую или фиолетовую окраску.

Оформление отчетов

№	Опытные образцы	с раствором крахмала	с содой	с перекисью водорода	с аммиаком	реакция на тетрациклин	реакция на пенициллин

В конце отчета студент должен сделать выводы по работе.

Контрольные вопросы:

1. Что такое фальсификация?
2. как влияет сода на кислотность и плотность молока?
3. Виды фальсификации?

Лабораторная работа № 3

Определение сернистого ангидрида в сухофруктах.

Цель работы: проверка наличия допустимых количеств консерванта пищевой добавки в сухофруктах.

Теоретические сведения

Виноград сушеный (изюм)

Виноград сушеный подразделяют на ряд видов, имеющих как светлую, так и темную окраску. По стандарту к таким видам относятся: сояги, сабза (солнечная и

по 2 см³ 25%-го раствора аммиака и дистиллированную воду, доводя объем содержимого каждой пробирки до 10 см³, и хорошо перемешивают. Интенсивность окрашивания испытуемого раствора сравнивают с окраской типовых растворов. Если испытуемый раствор окрашен интенсивнее типового, содержащего 0,1 мг меди, и слабее типового, содержащего 0,3 мг меди, то считают, что во взятом объеме испытуемого раствора находится 0,2 мг меди. Массовая доля меди в объекте исследования (%)

$$M = aV_0 / (V_1 m - 10), (2)$$

где: а- количество меди в типовом растворе, цвет которого совпадает с исследуемым, мг; V₀ - общий объем раствора, подготовленного для определения меди, см³; V₁ - объем исследуемого раствора, взятый для колориметрирования, см³; т - масса навески исследуемого объекта, г.

Определение массовой доли общей сернистой кислоты

Определение можно производить двумя способами: способом определения массовой доли сернистой кислоты и ускоренным методом.

Ускоренный способ используют для фруктово-ягодного сырья, консервированного сернистым ангидридом. Метод основан на окислении сернистой кислоты йодом.

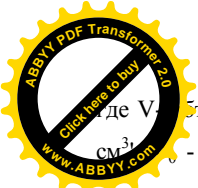
При определении раствор объекта исследования предварительно обрабатывают последовательно раствором гидроксида калия или натрия и серной кислотой для превращения связанной сернистой кислоты в свободную.

Реактивы: гидроксид калия или натрия, 1 н. раствор; кислота серная, раствор 1:3 (по объему); йод, 0,01 н. раствор; крахмал растворимый, 1%-й раствор.

Ход анализа.

В химический стакан берут навеску измельченного исследуемого продукта массой 5 г с точностью до ±0,01 г и смывают 50см³ дистиллированной воды в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 200-250 см³. Колбу закрывают пробкой, встряхивают или перемешивают на магнитной мешалке в течение 5 мин, приливают 25 см³ 1 н. раствора гидроксида калия или натрия, вновь закрывают пробкой, взбалтывают и оставляют на 15 мин, затем вносят 10см³ серной кислоты (1:3), 1 см³ 1%-го раствора крахмала и титруют при перемешивании 0,01 н. раствором йода до появления не исчезающей в течение нескольких секунд синей окраски. Контрольный опыт проводят при тех же условиях, но без навески. Массовая доля общей сернистой кислоты (%) в пересчете на SO₂,

$$C = (V - V_0) 0,32 / (m - 10), (3)$$



где V_1 - объем 0,01 н. раствора йода, израсходованного на титрование исследуемого раствора, см³; V_2 - объем 0,01 н. раствора йода, израсходованного в контрольном опыте; V_3 - количество SO₂, соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора йода, мг; m - масса навески изделия, г.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6 (отн.) %.

На основании полученных данных студент должен самостоятельно сформулировать выводы и сделать заключение по работе.

Контрольные вопросы

1. Источники загрязнений токсичными веществами?
2. Меры токсичности веществ?
3. ПДК токсичных веществ?
4. Основные пути загрязнения сырья и продуктов питания микотоксинами?
5. Контроль за загрязнением микотоксинами?

Лабораторная работа № 2

Фальсификация молочных продуктов.

Цель работы: установить наличие или отсутствие фальсификации молока

Методика определения

1. Реакция на присутствие крахмала.

В пробирку наливают 3-5 мл молока и прибавляют 2-3 капли 0,5 % - ого раствора йода в йодистом калии и тщательно перемешивают. То есть взбалтывают. Появление синей окраски указывает на присутствие в молоке крахмала, быстрое осаждение на дно осадка.

2. Реакция на присутствие соды.

В пробирку отмеривают 5 мл молока и 3 мл 0,2 % - ого спиртового раствора розоловой кислоты. Хорошо перемешивают. Молоко без соды окрасится в коричнево – желтый. С содой в розово – красный. Можно поступить и таким образом: сначала налить молоко, потом осторожно по стенке, не смешивая, розоловую кислоту.

В верхней части пробирки сразу же появляется окрашенное кольцо, если в молоке есть сода, то кольцо имеет ярко малиновую окраску, а если нет розовато – оранжевую.

3. Реакция на присутствие перекиси водорода.

В пробирку наливают 1 мл молока, добавляют не перемешивая 2 капли раствора серной кислоты, затем добавляют 0,2 мл крахмального раствора йодистого калия.

Через 10 мин наблюдается изменение цвета в пробирке, помещают в штатив и допускается встряхивание.

Появление в пробирке отдельных капель синего цвета свидетельствует о присутствии перекиси водорода в молоке.

Приготовление крахмального раствора йодистого калия.

3 г крахмала растворить в 2 мл холодной воды и влить 80 мл кипящей воды. Остудить. 3 г йодистого калия растворить в 5-10 мл дистиллированной воды и смешать с раствором крахмала.

Приготовление раствора серной кислоты.

На одну объемную часть концентрированной серной кислоты влить в 3-х объемных частях воды.

4. Реакция на присутствие аммиака.

В стакан наливают 20 мл молока, нагревают 2-3 мин на водяной бане при температуре 40-45° С. Затем добавляют 1 мл 10 % уксусной кислоты. Для осаждения казеина смесь добавляют на 10 минут. пипеткой, в кончик которой вставлена ватка, отбирают 2 мл отстоявшиеся сыворотки и переносят в пробирку, добавляя 1 мл реактива Несслера и сразу перемешивают в течении 1 мин, при этом наблюдают изменение окраски.

Появление оранжевой окраски различной интенсивности указывает на наличие аммиака выше его естественного содержания.

5. Реакция на тетрациклин.

Чувствительность метода с метиловым голубым позволяет обнаружить тетрациклин 1 МЕ/мл.

Пробирки с 10 мл исследуемого молока нагревают в течение 10 мин на водяной бане , с температурой 85-90° С, затем охлаждают до температуры 42-45° С и к молоку добавляют по 2 мл приготовленной смеси, перемешивают. Выдерживают в течение 1 ч 40 мин – 2 ч 20 мин в водяной бане при температуре 41-42° С, при присутствии в молоке ингибирующих веществ – голубой, голубое кольцо, образующее в пробирке на поверхности молока высотой 1 см. не учитывают.

6. Реакция на пенициллин.

Чувствительность метода с резазурином позволяет обнаружить в молоке содержание пенициллина более 0,1 МЕ/мл.

В чистые пробирки наливают мл исследуемого молока, затем пробирки с исследуемым молоком и контрольной пробой заведомо не содержащий ингибирующих веществ, нагревают в течение 10 мин на водяной бане при температуре 85-90° С и охлаждают

