

Министерство образования и науки Российской Федерации
АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
Инженерно-физический факультет

Платонова Т.П., Пакурина А.П.

ПРАКТИКУМ
по дисциплине «Основы качественного и
количественного анализа природных и
промышленных материалов.»
Часть 1.



Благовещенск
2021

ББК 22.4 я73
ПЗ7

Рекомендовано
учебно-методическим советом университета

Рецензенты

*Панова Л.П., канд. хим. наук, доцент кафедры химии ФГБОУ ВО БГПУ,
Лескова С.А., канд. хим. наук, доцент кафедры химии и химической технологии
ФГБОУ ВО АмГУ*

Платонова Т.П. Практикум по основам качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов. Часть 1. Химический анализ продуктов питания / Т. П. Платонова, А. П. Пакурина – Благовещенск: Изд-во АмГУ, 2021. –75 с

В практикум включены лабораторные работы по основам качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов на примере продуктов питания (молоко и молочные продукты, хлеб и хлебобулочные изделия, крупы, зерно, плоды и овощи и другие). В каждой лабораторной работе даётся сущность метода, ссылка на ГОСТ. В каждой методике подробно объясняется подготовка проб для анализа, приготовление реактивов, проведение анализа и определение показателя, обработка результатов. Для соблюдения техники безопасности при проведении химического анализа в учебном пособии представлен раздел «Организация работы в химической лаборатории». После каждой лабораторной работы есть контрольные задания для самостоятельной работы.

Практикум предназначен для обучающихся по специальности 18.02.01 «Аналитический контроль качества химических соединений». В авторской редакции

ББК 24.4 я73

© Амурский государственный университет, 2021
© Платонова Т.П., Пакурина А.П., авторы

Оглавление

Организация работы в химической лаборатории.....	4
<i>Лабораторные работы:</i>	
ТЕМА 1. Определение титруемой кислотности плодов и овощей	8
ТЕМА 2. Титриметрические методы определения кислотности молока и молочных продуктов.....	12
ТЕМА 3. Методы определения кислотности хлебобулочных изделий.....	17
ТЕМА 4. Определение кислотности и кислотного числа в масле подсолнечном.....	22
ТЕМА 5. Титриметрический метод определения витамина С раствором 2,6- дихлорфенолиндофенолята натрия (реактивом Тильманса).....	28
ТЕМА 6. Определение витамина С иодатом калия (фармакопейный метод).....	33
ТЕМА 7. Определение витамина С в молоке и молочных продуктах.....	36
ТЕМА 8. Определение перекисного числа в растительных маслах и животных жирах.....	40
ТЕМА 9. Определение мыла в растительных маслах.....	46
ТЕМА 10. Определение массовой доли влаги и сухого вещества в молоке и молочных продуктах.....	51
ТЕМА 11. Определение сухих веществ и влаги в плодах и овощах	55
ТЕМА 12. Определение зольности зерна.....	60
ТЕМА 13. Определение поваренной соли в молочных продуктах.....	63
ТЕМА 14. Определение кальция в молоке и молочных продуктах.....	68
Список ГОСТов.....	74

ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Правила работы в химической лаборатории

1. В лаборатории при выполнении работ должно находиться не менее двух человек.
2. Выполняющие работы должны знать правила техники безопасности и пожарной безопасности.
3. Категорически запрещается в лаборатории принимать пищу, пить воду из химической посуды.
4. Каждый работающий должен знать месторасположение средств пожаротушения и уметь ими пользоваться.
5. Прежде чем приступить к работе, необходимо изучить свойства используемых и образующихся веществ, а также правила техники безопасности при работе с ними.
6. Запрещается проводить опыты в грязной посуде. Посуду следует мыть сразу после выполнения работы.
7. Нельзя оставлять работающие лабораторные установки, а также включённые приборы без присмотра.
8. При выполнении работы обязательно следовать указаниям по использованию всех необходимых индивидуальных средств защиты.
9. Запрещается пробовать на вкус какие бы то ни было вещества.
10. Нельзя наклоняться над сосудом с нагревающейся жидкостью, направлять отверстие таких сосудов на себя и на других работающих.
11. Категорически запрещается использовать вещества из посуды, не имеющей этикетки.
12. Определять запах веществ следует, осторожно направляя пары к себе лёгким движением руки и не вдыхая их полной грудью.
13. После окончания работы необходимо привести в порядок рабочее место, выключить газ, воду и электроэнергию.
14. Нельзя оставлять зажжённые газовые горелки и включенные электроплитки.

15. Запрещается выливать в раковины остатки кислот, щелочей, легковоспламеняющихся и горючих жидкостей, бросать в раковины бумагу, спички, песок и другие твёрдые вещества.
16. Категорически запрещается нагревать жидкость в закупоренных сосудах и аппаратах, кроме предназначенных для этого автоклавов.
17. Каждый работающий в лаборатории должен знать, где находится аптечка с медикаментами, и уметь оказать первую помощь при различных травмах.
18. При нагревании в пробирках, колбах и сосудах жидкостей или твёрдых веществ нельзя направлять отверстие пробирки или открытую часть другого прибора на себя или на соседей – выброс нагретого вещества может привести к травме.

Особенности работы с огнеопасными, ядовитыми химическими веществами

При использовании легковоспламеняющихся жидкостей (ЛВЖ) необходимо следить, чтобы в радиусе 2 м не было открытого пламени. Перегонку таких веществ следует вести на водяной или воздушной бане с использованием электроплиток закрытого типа. Особую опасность представляет диэтиловый эфир. Его перегоняют на предварительно нагретой в другом месте водяной бане. Хранят ЛВЖ в толстостенных склянках в железных ящиках, выложенных асбестом, вдали от источников тепла. Общее количество ЛВЖ в лаборатории не должно превышать суточной потребности. Перед разборкой приборов, содержащих остатки ЛВЖ, необходимо погасить все ближайшие горелки.

При работе со щелочными металлами, карбидом кальция и некоторыми другими веществами в присутствии воды возможен взрыв. Он может произойти и при проведении процессов в вакууме или автоклавах, запаянных ампулах и т. д. при повышенном давлении. Взрывы возможны также при получении или использовании в синтезе нитросоединений, diaзосоединений и некоторых

других веществ. Во всех подобных случаях работу надо проводить в защитных очках или в маске.

Операции со щелочными металлами выполняют на специально подготовленном рабочем месте сухими инструментами при полном отсутствии воды. Взвешивание их производят под слоем сухого керосина в закрытом бюксе. Остатки натрия или калия уничтожают постепенным растворением в абсолютном спирте с последующей нейтрализацией раствора.

Большую опасность представляет неосторожная работа с кислотами и щелочами. Даже слабые кислоты (например, уксусная) при высоких концентрациях способны вызвать химические ожоги. Попадание растворов кислот и щелочей в глаза может привести к поражению роговицы и потере зрения. Особенно опасны в этом отношении щелочи и аммиак. Поэтому все работы с кислотами и щелочами проводят в защитных очках и резиновых перчатках в вытяжном шкафу, а при переливании кислот из большой ёмкости в маленькую следует надеть резиновый фартук и использовать сифон. Для разбавления **кислоту вливают тонкой струёй в воду** при постоянном перемешивании, не допуская перегревания.

При измельчении твёрдых щелочей большие куски, завёрнутые в плотную ткань, разбивают молотком, а маленькие растирают в ступке, закрытой полотенцем. Попадание твёрдой щелочи в волосы может остаться незамеченным и вызвать выпадение волос, поэтому во время этих операций голова должна быть покрыта. Остатки кислот и щелочей необходимо нейтрализовать и только затем вылить в раковину.

Работая на вакуумных установках с использованием водоструйных и масляных насосов (вакуум-эксикаторы, вакуумная перегонка, вакуумное фильтрование), вакуумированный сосуд обязательно следует обернуть полотенцем. При вакуумных перегонках это делается в процессе испытания собранного прибора до заполнения его перегонной жидкостью. Глаза должны

быть закрыты очками или маской, которую можно снять только после охлаждения прибора и впуска в него воздуха.

В случае использования сжатых или сжиженных газов в первую очередь необходимо убедиться, что баллон и редуктор находятся в исправном состоянии и что срок годности баллона не истёк. Баллон устанавливается в ящике вне помещения, а газ подводят в лабораторию специальным трубопроводом.

В лаборатории органической химии работать следует в халате из хлопчатобумажной ткани. Резиновые перчатки надевают поверх рукавов халата.

Первая помощь при травмах и отравлениях

При термических ожогах обожжённые места обильно смачивают раствором перманганата калия или этиловым спиртом. При попадании кислот поражённое место промывают проточной водой 10...15 мин, затем смачивают 3%-ным раствором гидрокарбоната натрия и снова промывают водой. При ожогах щелочами после промывания водой кожу смачивают 3%-ным раствором уксусной кислоты и затем опять промывают водой. Попавшие на тело органические вещества, нерастворимые в воде, смывают большим количеством растворителя данного вещества, а затем промывают спиртом и смазывают кремом.

При ушибах для уменьшения боли и предотвращения подкожного кровоизлияния накладывают давящую повязку, а поверх неё лед. При повреждении тканей, особенно при порезах осколками стеклянной лабораторной посуды, помощь необходимо оказать как можно быстрее. Для этого удаляют, насколько можно полно, осколки, останавливают кровотечение, очищают поверхность кожи вокруг раны от грязи и обрабатывают края раны антистатиком, не допуская попадания этих средств внутрь раны. При внезапном возобновлении кровотечения применяют 3%-ный раствор пероксида водорода, водный раствор хлорида железа (III), которые вносят непосредственно в рану. Затем накладывают стерильную салфетку или тампон и плотно прибинтовывают, после чего пострадавшего отправляют в медпункт.

При электротравмах до прихода врача пострадавшему обеспечивают полный покой и приток свежего воздуха. Пострадавший не должен делать лишних движений. Если нарушены дыхание и сердечная деятельность, то необходимо немедленно прибегнуть к искусственному дыханию и непрямому массажу сердца и не прекращать эти операции до прибытия медицинских работников. Искусственное дыхание делается только в том случае, если человек дышит неритмично или не дышит совсем.

ТЕМА 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИТРУЕМОЙ КИСЛОТНОСТИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

ГОСТ ISO 750-2013 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения титруемой кислотности.

Сущность метода: Титрование анализируемого раствора титрованным раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина (визуально или потенциометрически).

Реактивы

Для проведения анализа используют реактивы только установленной аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду, или воду эквивалентной чистоты.

Натрия гидроокись, титрованный раствор молярной концентрации $C(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Фенолфталеин, раствор массовой концентрацией 10 г/дм^3 в этиловом спирте объёмной концентрацией 95 %.

Буферные растворы с известным значением pH

Аппаратура

Гомогенизатор или ступка с пестиком лабораторные; пипетки вместимостью 25, 50 или 100 см^3 ; колба коническая, к которой возможно присоединение обратного холодильника; колба мерная вместимостью 250 см^3 ;

стакан вместимостью 250 см^3 с магнитной или механической мешалкой;

бюретка вместимостью 50 см³; холодильник обратный; весы аналитические с точностью взвешивания до 0,01 г; рН-метр с точностью измерения не менее 0,05 единицы рН; баня водяная.

Подготовка проб для анализа

Твёрдые пробы взвешивают с точностью до 0,01 г не менее 25 г лабораторной пробы и переносят в коническую колбу с использованием 50 см³ горячей воды. Тщательно перемешивают до получения однородной консистенции. Присоединяют к конической колбе обратный холодильник и нагревают колбу с содержимым на кипящей водяной бане 30 мин. Охлаждают и количественно переносят содержимое колбы в мерную колбу на 250 см³ и добавляют водой до метки. Тщательно перемешивают и фильтруют.

Жидкие продукты (соки, консервированные фруктовые сиропы, маринадные заливки, рассолы) фильтруют через вату, бумажный фильтр или ткань. Пипеткой в мерную колбу на 250 см³ вносят 25 см³ фильтрата. Доводят водой до метки и тщательно встряхивают. Из пробы газированных жидких продуктов перед анализом удаляют углекислый газ встряхиванием пробы в течение 3—4 мин при пониженном давлении.

Метод титрования в присутствии цветного индикатора

Проба для анализа

В стакан вносят пипеткой пробу для анализа объёмом 25, 50 или 100 см³ в зависимости от ожидаемой кислотности.

Определение

Добавляют в стакан от 0,25 до 0,5 см³ раствора фенолфталеина и, постоянно встряхивая, титруют из бюретки раствором 0,1 н NaOH до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Ещё одну колбу с таким же количеством фенолфталеина используют для контроля окраски. Сильно окрашенные фильтраты лучше титровать с добавлением флуоресцирующего индикатора (1% спиртовой раствор β - метилумбеллиферона или тимолфталеина)

Обработка результатов определения для пробы, взятой по объему

Титруемую кислотность Т, ммоль Н⁺ на 100 см³ продукта, с учетом разбавления

вычисляют по формуле: $T = V_1 \cdot C \cdot \frac{250}{V} \cdot \frac{100}{V_0} = \frac{V_1 \cdot C \cdot 1000}{V_0}$,

V— объем анализируемой пробы, (25 см³);

V₁ — объем титрованного раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

C— точная концентрация титрованного раствора гидроокиси натрия (0,1 моль/дм³);

V₀ — объем пробы для анализа, см³;

250 — объем мерной колбы, см³;

100 — коэффициент для расчёта титруемой кислотности на 100 г продукта;

1000 — коэффициент, полученный при расчёте: $V_1 \cdot C \cdot \frac{250}{V} \cdot \frac{100}{V_0}$

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

Обработка результатов анализа для пробы, взятой по массе

Титруемую кислотность Т, ммоль Н⁺ на 100 г продукта, с учётом разбавления,

вычисляют по формуле $T = V_1 \cdot C \cdot \frac{250}{m} \cdot \frac{100}{V_0}$

m - масса анализируемой пробы, г;

V₁ — объем титрованного раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

C— точная концентрация титрованного раствора гидроокиси натрия (0,1 моль/дм³);

V₀ — объем пробы для анализа, см³;

250 — объем мерной колбы, см³;

100 — коэффициент для расчёта титруемой кислотности на 100 г продукта;

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

Альтернативный способ представления результатов определения

При необходимости допускается альтернативный способ представления результатов определения титруемой кислотности в граммах соответствующей кислоты на 100 г или 100 см³ продукта путём умножения результата на коэффициент для соответствующей кислоты по таблице 1.

Таблица 1.

Наименование кислоты	Коэффициент
Яблочная кислота	0,067
Щавелевая кислота	0,045
Лимонная кислота, моногидрат	0,07
Винная кислота	0,075
Уксусная кислота	0,06
Молочная кислота	0,09
Лимонная кислота	0,064

Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать 2 % среднеарифметического значения двух результатов не более чем в 5 % случаев.

Протокол результатов испытаний

Протокол результатов испытаний должен содержать следующие сведения:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора пробы (если известен);
- используемый метод анализа вместе со ссылкой на настоящий стандарт;
- все операции, не оговоренные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с любыми случайностями, которые могли повлиять на результат анализа;
- полученные результаты испытаний;

- если была определена повторяемость, то окончательную оценку полученных результатов.

Потенциометрический метод (референтный метод)

Проверяют правильность работы рН-метра, используя буферные растворы.

В стакан с мешалкой вносят пипеткой пробу для анализа объемом 25, 50 или 100 см³ в зависимости от ожидаемой кислотности.

Начинают перемешивание содержимого стакана и, не прекращая перемешивания, добавляют из бюретки раствор гидроокиси натрия сначала быстро, пока значение рН, измеряемое рН-метром, не достигнет $(7,0 \pm 0,2)$ ед. рН, а затем медленно, пока значение рН не достигнет $(8,1 \pm 0,2)$ ед. рН

Контрольные задания

1. В чём заключается сущность метода определения титруемой кислотности в плодах и овощах?
2. Как происходит пробоподготовка для определения титруемой кислотности в плодах и овощах?
3. Как готовят раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³?
4. По какой формуле рассчитывается титруемая кислотность в плодах и овощах и в каких единицах измерения?

ТЕМА 2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

ГОСТ 3624-92 МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ Титриметрические методы определения кислотности

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные и молокосодержащие продукты и устанавливает следующие титриметрические методы определения кислотности: потенциометрический, с применением индикатора фенолфталеина; метод определения предельной кислотности молока. Стандарт не распространяется на казеин и молочные консервы. В настоящей лабораторной работе рассматривается титриметрическое определение

кислотности молока и молочных продуктов с применением индикатора фенолфталеина.

МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб молока и молочных и молокосодержащих продуктов и подготовка их к анализу по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

Метод с применением индикатора фенолфталеина

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Подготовка реактивов

Натрия гидроокись стандарт-титр раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Фенолфталеин 70%-ный спиртовой раствор массовой концентрации фенолфталеина 10 г/дм³.

Кобальт сернокислый, раствор массовой концентрации сернокислого кобальта 25 г/дм³.

Аппаратура

Ступка с пестиком лабораторные; пипетки вместимостью 25, 50 или 100 см³; колба мерная вместимостью 250 см³; стакан вместимостью 250 см³; бюретка вместимостью 50 см³.

Подготовка к анализу

Приготовление контрольных эталонов окраски для молока и сливок

В колбу вместимостью 100 или 250 см³ отмеривают молоко или сливки и дистиллированную воду в объёмах, указанных в табл. 2, и 1 см³ раствора сернокислого кобальта. Смесь тщательно перемешивают.

Таблица 2

Наименование продукта	Объём продукта, см ³	Объём воды, см ³
Молоко	10	20
Молочный составной продукт	10	40
Сливки	10	20
Простокваша, ацидофилин, кефир, кумыс и др. кисломолочные продукты	10	20

Срок хранения эталона не более 8 ч при комнатной температуре.

Проведение анализа

Молоко, молокосодержащий продукт, молочный составной продукт, сливки, простокваша, ацидофилин, кефир, кумыс и другие кисломолочные продукты

В колбу вместимостью 100 до 250 см³ отмеривают дистиллированную воду и анализируемый продукт в объемах, указанных в табл., и три капли фенолфталеина. При анализе сливок и кисломолочных продуктов переносят остатки продукта из пипетки в колбу путём промывания пипетки полученной смесью 3-4 раза.

Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слаборозового окрашивания, для молока и сливок, соответствующего контрольному эталону окраски, не исчезающего в течение 1 мин.

Для молочного составного продукта для более точного установления конца титрования рядом с титруемой пробой ставят контрольную колбу с 10 см³ той же пробы молока и 40 см³ дистиллированной воды.

Мороженое, сметана

В неокрашенном мороженом и сметане кислотность определяют следующим образом: в колбе вместимостью 100 или 250 см³ отвешивают 5 г продукта, добавляют 30 см³ воды и три капли фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слаборозового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Кислотность окрашенного мороженого определяют следующим образом: отвешивают в колбе вместимостью 250 см³ 5 г мороженого, добавляют 80 см³ воды и три капли фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором щелочи до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Для определения конца титрования окрашенного мороженого колбу с титруемой смесью помещают на белый лист бумаги и рядом помещают колбу со смесью: 5 г данного образца мороженого и 80 см³ воды.

Творог и творожные продукты

В фарфоровую ступку вносят 5 г продукта. Тщательно перемешивают и растирают продукт пестиком. Затем прибавляют небольшими порциями 50 см³ воды, нагретой до температуры 35-40 °С и три капли фенолфталеина. Смесь перемешивают и титруют раствором щелочи до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Обработка результатов

Кислотность, в градусах Тернера (°Т), находят умножением объема, см³ раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в определенном объеме продукта, на следующие коэффициенты:

10 - для молока, молочного составного продукта, сливок, простокваши, ацидофильного молока, кефира, кумыса, других кисломолочных продуктов;

20 - для мороженого, сметаны, творога и творожных изделий.

Допускаемая погрешность результата анализа при принятой доверительной вероятности =0,95, составляет:

±1,9 °Т - для молока, молочного составного продукта, сливок, простокваши, ацидофильного молока, кефира, кумыса, других кисломолочных продуктов и мороженого;

±2,3 °Т - для сметаны;

±3,6 °Т - для творога и творожных изделий;

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать:

2,6 °Т - для молока, молочного составного продукта, сливок, простокваши, ацидофильного молока, кефира, кумыса, других кисломолочных продуктов и мороженого;

3,2 °Т - для сметаны;

5,0 °Т - для творога и творожных изделий;

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

При большем расхождении испытание повторяют с четырьмя параллельными определениями. При этом расхождение между средним арифметическим значением результатов четырех определений и любым значением из четырех результатов определения не должно превышать:

1,8 °Т - для молока, молочного составного продукта, сливок, простокваши, ацидофильного молока, кефира, кумыса, других кисломолочных продуктов и мороженого;

2,3 °Т - для сметаны;

3,6 °Т - для творога и творожных изделий.

При большем расхождении приготавливают заново все реактивы, проводят государственную поверку используемых приборов и повторяют испытание с четырьмя параллельными определениями. В этом случае при наличии расхождения больше вышеуказанных значений выполнение данной работы поручают оператору более высокой квалификации.

По физико-химическим показателям молоко должно соответствовать нормам (ГОСТ Р 52054-2003 МОЛОКО НАТУРАЛЬНОЕ КОРОВЬЕ - СЫРЬЕ Технические условия)

Кислотность не ниже 16 °Т и не выше 18 °Т (для высшего и 1 сорта) и не выше 21 °Т (для 2 сорта молока).

Под градусами Тернера (°Т) понимают объем, см³, водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, необходимый для нейтрализации 100 г (см³) исследуемого продукта.

Контрольные задания

1. В чём заключается сущность метода определения кислотности в молоке и молочных продуктах?

2. Как происходит пробоподготовка для определения кислотности в молоке и молочных продуктах?
3. С какой целью и как готовят раствор сульфата кобальта массовой концентрации сернокислого кобальта 25 г/дм^3 (сделайте расчет для приготовления 100 мл такого раствора).
4. В каких единицах измерения рассчитывается кислотность молока и молочных продуктах и по какой формуле?

ТЕМА 3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ ИЗДЕЛИЙ

ГОСТ 5670-96 ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ Методы определения кислотности

Под градусом кислотности понимают объем в кубических сантиметрах раствора точной молярной концентрации 1 моль/дм^3 гидроокиси натрия или гидроокиси калия, необходимый для нейтрализации кислот, содержащихся в 100 г изделий.

Реактивы для анализа

Натрия гидроокись - раствор молярной концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Калия гидроокись - раствор молярной концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Фенолфталеин - спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Аппаратура

Весы лабораторные; тёрка, ступка или механический измельчитель; сито; часы; термометр; бутылки (типа молочных) вместимостью 500 см^3 ; колбы мерные вместимостью 100, 250 см^3 ; колбы конические и стаканы вместимостью 50, 100, 150, 250 см^3 ; пипетки вместимостью 25, 50 см^3 ; лопатка деревянная или палочка стеклянная с резиновым наконечником; марля медицинская; бюретка вместимостью 50 см^3 .

Отбор образцов - по ГОСТ 5667.

Порядок подготовки к проведению анализа весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,5 кг.

Образцы, состоящие из целого изделия, разрезают пополам по ширине и от одной половины отрезают кусок (ломоть) массой около 70 г, у которого срезают корки и подкорочный слой общей толщиной около 1 см.

У образца, состоящего из части изделия, срезают с одной стороны заветренную часть, делая сплошной срез толщиной около 0,5 см. Затем отрезают кусок массой около 70 г, у которого срезают корки и подкорочный слой общей толщиной около 1 см.

Порядок подготовки к проведению анализа штучных хлебобулочных изделий массой 0,5-0,2 кг.

Изделия разрезают пополам по ширине и от одной половины отрезают кусок массой около 70 г, у которого срезают корки и подкорочный слой толщиной около 1 см.

Порядок подготовки к проведению анализа штучных хлебобулочных изделий массой менее 0,2 кг.

Берут целые изделия, с которых срезают корки слоем около 1 см.

Порядок подготовки к проведению анализа выпеченных штучных хлебобулочных изделий специфической формы устанавливают в нормативной документации на эти изделия.

Из кусков изделий удаляют все включения (повидло, варенье, изюм и т.п.), затем их быстро измельчают в крошку, перемешивают и тотчас же берут навески.

Порядок подготовки к проведению анализа хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т.д.).

Отбор образцов хлебобулочных изделий пониженной влажности для определения кислотности проводят в соответствии с требованиями, изложенными в ГОСТ 7128 (для бараночных изделий); в ГОСТ 8494 (для сухарей); в ГОСТ 9846 (для хрустящих хлебцев); в ГОСТ 11270 (для соломки, хлебных палочек).

В хлебобулочных изделиях пониженной влажности удаляют включения и отделку, кроме изделий с маком и орехом, и измельчают на терке, в ступке или

на механическом измельчителе типа электрической кофемолки, получают крошку. Крошку перемешивают и тотчас же берут навески.

ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА

Порядок проведения анализа хлебобулочных изделий

Проверочный (арбитражный) метод

Взвешивают 25,0 г крошки. Навеску помещают в сухую бутылку (типа молочной) вместимостью 500 см³ с хорошо пригнанной пробкой.

Мерную колбу вместимостью 250 см³ наполняют до метки дистиллированной водой температурой 18-25 °С. Около 1/4 взятой дистиллированной воды переливают в бутылку с крошкой, быстро растирают деревянной лопаткой или стеклянной палочкой с резиновым наконечником до получения однородной массы, без заметных комочков нерастёртой крошки. К полученной смеси приливают из мерной колбы всю оставшуюся дистиллированную воду. Бутылку закрывают пробкой, смесь энергично встряхивают в течение 2 мин и оставляют в покое при комнатной температуре в течение 10 мин. Затем смесь снова энергично встряхивают в течение 2 мин и оставляют в покое в течение 8 мин.

По истечении 8 мин отстоявшийся жидкий слой осторожно сливают через частое сито или марлю в сухой стакан. Из стакана отбирают пипеткой по 50 см³ раствора в две конические колбы вместимостью по 100-150 см³ каждая и титруют раствором молярной концентрации 0,1 моль/дм³ гидроокиси калия или гидроокиси натрия с 2-3 каплями фенолфталеина до получения слабо-розового окрашивания, не исчезающего при спокойном состоянии колбы в течение 1 мин. Титрование продолжают, если по истечении 1 мин окраска пропадает и не появляется от прибавления 2-3 капель фенолфталеина.

Ускоренный метод

Взвешивают 25,0 г крошки. Навеску помещают в сухую бутылку (типа молочной) вместимостью 500 см³, с хорошо пригнанной пробкой.

Мерную колбу вместимостью 250 см³ наполняют до метки дистиллированной водой, подогретой до температуры 60 °С. Около 1/4 взятой дистиллированной

воды переливают в бутылку с крошкой, быстро растирают деревянной лопаточкой до получения однородной массы, без заметных комочков нерастертой крошки. К полученной смеси прибавляют из мерной колбы всю оставшуюся дистиллированную воду. Бутылку закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 3 мин. После встряхивания дают смеси отстояться в течение 1 мин и отстоявшийся жидкий слой осторожно сливают в сухой стакан через частое сито или марлю. Из стакана отбирают пипеткой по 50 см³ раствора в две конические колбы вместимостью по 100-150 см³ каждая и титруют раствором

молярной концентрации 0,1 моль/дм³ NaOH или KOH с 2-3 каплями фенолфталеина до получения слабо-розового окрашивания, не исчезающего при спокойном стоянии колбы в течение 1 мин.

Титрование продолжают, если по истечении 1 мин окраска пропадает и не появляется от прибавления 2-3 капель фенолфталеина.

Порядок проведения анализа хлебобулочных изделий пониженной влажности

Взвешивают 10,0 г крошки. Навеску помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см³. Из предварительно отмеренных 100 см³ дистиллированной воды температурой 18-25 °С в колбу с навеской приливают около 30 см³ дистиллированной воды, перемешивают, взбалтывают до получения однородной массы. Добавляют остальную воду, снова взбалтывают, следя за тем, чтобы на стенках колбы не оставалось прилипших частиц крошки. Смеси дают отстояться 15 мин, а затем сливают жидкость через частое сито или марлю в сухую колбу. Из колбы отбирают пипеткой по 25 см³ фильтрата в две конические колбы вместимостью по 100-150 см³ каждая и титруют раствором молярной концентрации 0,1 моль/дм NaOH или KOH с фенолфталеином (5 капель) до получения розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Титрование продолжают, если по истечении 1 мин окраска пропадает и не появляется от прибавления 2-3 капель фенолфталеина.

Правила обработки результатов анализа

Кислотность X , град., вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot V \cdot a}{10m \cdot V_2} \cdot K,$$

Где V - объем раствора молярной концентрации 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия или гидроокиси калия, израсходованного при титровании исследуемого раствора, см³;

V_1 - объем дистиллированной воды, взятой для извлечения кислот из исследуемой продукции, см³;

V_2 - объём исследуемого раствора, взятого для титрования, см³;

m - масса навески, г;

a - коэффициент пересчета на 100 г навески;

K - поправочный коэффициент приведения используемого раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия к раствору точной молярной концентраций 0,1 моль/дм³;

$\frac{1}{10}$ - коэффициент приведения раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ к 1,0 моль/дм³;

Для хлебобулочных изделий формулу можно представить

$$X = \frac{250 \cdot V \cdot 100}{10 \cdot 25 \cdot 50} \cdot K \quad \text{или} \quad X = 2V \cdot K$$

Для хлебобулочных изделий пониженной влажности формулу можно представить

$$X = \frac{100 \cdot V \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot 25} \cdot K \quad \text{или} \quad X = 4V \cdot K$$

Правила оформления результатов анализа

Определение кислотности считают правильным, если результаты двух параллельных титрований для одного фильтрата полностью совпадают или

отличаются для хлеба и хлебобулочных изделий не более чем на 0,30 град., для хлебобулочных изделий пониженной влажности - не более чем на 0,40 град.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Результат анализа записывают с точностью до 0,5 град., причем доли до 0,25 град. включительно отбрасывают; доли свыше 0,25 и до 0,75 град. включительно приравнивают к 0,5 град.; доли свыше 0,75 град. приравнивают к 1,0 град.

Допустимая погрешность анализа

Расхождения между результатами определений кислотности лабораторного образца одной партии продукции в разных лабораториях не должны превышать 0,5 град.

Контрольные задания

1. В чём заключается сущность метода определения кислотности в хлебобулочных изделиях?
2. Как происходит пробоподготовка для определения кислотности в молоке и хлебобулочных изделиях?
3. В каких единицах измерения рассчитывается кислотность хлебобулочных изделий и по какой формуле?
4. Порядок проведения анализа по определению кислотности хлебобулочных изделий.

ТЕМА 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ И КИСЛОТНОГО ЧИСЛА В МАСЛЕ ПОДСОЛНЕЧНОМ

Показатели качества для растительных масел

ГОСТ 1129-2013 МАСЛО ПОДСОЛНЕЧНОЕ Технические условия.

Настоящий стандарт распространяется на подсолнечное масло, предназначенное для непосредственного употребления в пищу, производства пищевых продуктов, в том числе для детского питания, и промышленной переработки.

Классификация подсолнечного масла: рафинированное дезодорированное «Премиум», «Высший сорт», «Первый сорт»;

Рафинированное недезодорированное, нерафинированное «Высший сорт», «Первый сорт»;

Нерафинированное для промышленной переработки.

Технические требования (регламентируется)

1. Содержание пестицидов, токсичных элементов, радионуклидов и микотоксинов в подсолнечном масле не должно превышать норм.

2. Микробиологические показатели в подсолнечном масле марки "Премиум" не должны превышать норм.

3. Органолептические и физико-химические показатели

Требуемые показатели для рафинированного дезодорированного масла представлены в таблице 3.

Таблица 3

Показатель	Характеристика	Методы контроля
Прозрачность	Прозрачное без осадка	Метод отбора проб - по ГОСТ 5471
Запах и вкус	Без запаха, обезличенный вкус	Определение вкуса - органолептически Определение запаха, цвета и прозрачности - по ГОСТ 5472
Цветное число, мг иода	Не более 6	Определение цветного числа - по ГОСТ 5477.
Кислотное число, мг КОН/г	Не более 0,30	Определение кислотного числа - по ГОСТ 5476, ГОСТ 31933.
Массовая доля нежировых примесей, %	Отсутствие	Определение массовой доли нежировых примесей - по ГОСТ 5481
Массовая доля фосфорсодержащих веществ, %,	Отсутствие	Определение массовой доли фосфорсодержащих веществ - по ГОСТ 31753.
Мыло (качественная проба)	отсутствие	Определение мыла (качественная проба) - по ГОСТ 5480.
Массовая доля влаги и летучих веществ, %	Не более 0,10	Определение массовой доли влаги и летучих веществ - по ГОСТ 11812

Температура вспышки экстракционного масла, °С,	Не нормируется	Определение температуры вспышки - по ГОСТ 9287.
Перекисное число, моль активного кислорода/кг	2; 4; 10	Определение перекисного числа - по ГОСТ 26593
Анизидиновое число	3,0	Определение анизидинового числа - по ГОСТ 31756
Холодный тест	Выдерживает испытания	

Подготовка проб для определения токсичных элементов - по ГОСТ 26929. 8.15

Определение токсичных элементов - по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930, ГОСТ 26932, ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, ГОСТ 31628.

Жирно-кислотный состав подсолнечного масла представлен в таблице 4.

Таблица 4

Наименование жирной кислоты Массовая доля жирной кислоты (% к сумме жирных кислот)	Наименование жирной кислоты Массовая доля жирной кислоты (% к сумме жирных кислот)
Миристиновая	До 0,2
Пальмитиновая	5-7,6
Пальмитолеиновая	До 0,3
Стеариновая	2,7-6,5
Олеиновая	14-39,4
Линолевая	48,3-77
Линоленовая	До 0,3
Арахидоновая	До 0,5
Гондоиновая	До 0,3

ГОСТ 31933-2012 МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ Методы определения кислотного числа и кислотности

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает следующие методы определения кислотного числа и кислотности:

- титриметрические с визуальной индикацией;
- солевой;
- титриметрический с потенциометрической индикацией;
- с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева).

В качестве арбитражных должны использоваться титриметрические методы с визуальной или потенциометрической индикацией, при этом титрование должно выполняться спиртовым раствором щелочи.

Сущность метода заключается в растворении определенной массы растительного масла в растворителях или смеси растворителей с последующим титрованием имеющихся свободных жирных кислот водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

Титриметрический метод с визуальной индикацией

Измерение кислотного числа светлых и рафинированных масел

Подготовка к измерению

Приготовление смеси растворителей Спиртоэфирную смесь готовят по объему из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см³ смеси. Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см³ смеси. Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации (KOH или NaOH)=0,1 моль/дм³ до едва заметной розовой окраски. При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия; при использовании спиртохлороформной смеси - спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

Подготовка пробы Прозрачное незастывшее растительное масло перед взятием навески для анализа хорошо перемешивают. При наличии в жидком масле мути или осадка, а также при анализе застывших масел часть лабораторной пробы (50 г) помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживается температура (50±2)°C, и нагревают до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шкафу при температуре 50°C.

Проведение измерения

В коническую колбу вместимостью 250 см³ взвешивают навеску массой 3-5 г с точностью до 0,01 г. Затем к навеске приливают 50 см³ спиртоэфирной или спиртохлороформной нейтрализованной смеси. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием. Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане, нагретой до (50±2)°С, затем охлаждают до 15°С-20°С. К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина. Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации (KOH или NaOH)=0,1 моль/дм до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. При титровании водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации (KOH или NaOH)=0,1 моль/дм³ количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла должно не менее чем в пять раз превышать количество израсходованного раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия. При кислотном числе масла свыше 6 мг /г берут навеску масла массой 1-2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см нейтрализованной смеси растворителей. При кислотном числе масла менее 4 мг /г титрование ведут из микробюретки.

Обработка результатов

Кислотное число масла , мг KOH/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{5,61 \cdot W \cdot K}{m}$$

где 5,611 - коэффициент для выражения кислотного числа в мг KOH/г при титровании раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{KOH или NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$;

K - отношение действительной концентрации раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия к номинальной;

V- объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{KOH или NaOH})=0,1$ моль/дм³, израсходованного на титрование, см³; m- масса навески, г.

Кислотность X_1 , %, в зависимости от природы масла (жира) вычисляют по формуле $X_1=fX$, где f - коэффициент пересчета

Коэффициенты пересчета для выражения кислотности представлены в таблице 5.

Таблица 5

Вид масла (жира)	Жирная кислота, на которую производится пересчет	Коэффициент пересчета f
Кокосовое, пальмоядровое и другие масла с содержанием лауриновой кислоты более 39% и их фракции	Лауриновая	0,356
Пальмовое масло и его фракции	Пальмитиновая	0,456
Масла из некоторых масличных культур семейства крестоцветных	Эруковая	0,602
Все другие масла (жиры)	Олеиновая	0,503

Оформление результатов измерений

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, (границы погрешности 0,1 мгKOH/г). При разногласиях в оценке качества продукции за результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов не менее чем четырех параллельных определений, полученных титриметрическими методами с визуальной или потенциометрической индикацией.

Вычисления выполняют с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением результата до второго десятичного знака.

Контрольные задания

1. Какие растворители используются при титриметрическом определении кислотного числа и кислотности растительных масел?
2. Как проводится пробоподготовка?

3. В каких единицах измерения и по какой формуле рассчитывается кислотное число растительных масел?

ТЕМА 5. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИТАМИНА С РАСТВОРОМ 2,6-ДИХЛОРФЕНОЛИНДОФЕНОЛЯТА НАТРИЯ (РЕАКТИВОМ ТИЛЬМАНСА)

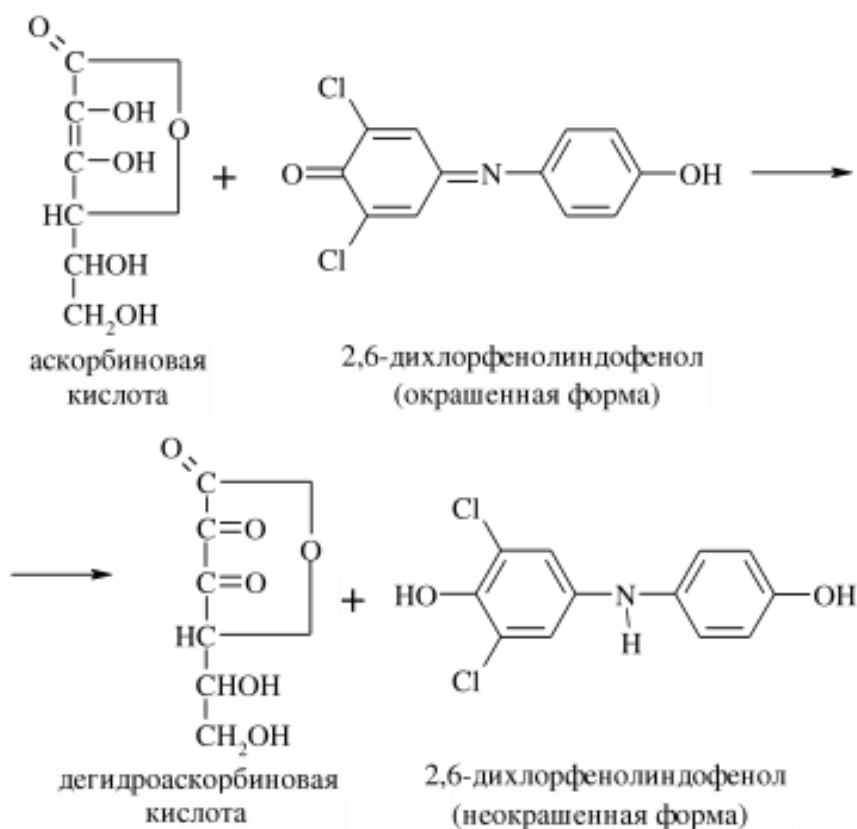
ГОСТ 24556-89 ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Методы определения витамина С

Отбор и подготовка проб к испытанию - по ГОСТ 26313.

Титриметрический метод определения витамина С основан на экстрагировании витамина С раствором кислоты (соляной, метафосфорной или смесью уксусной и метафосфорной) с последующим титрованием визуальным или потенциометрически раствором 2,6- дихлорфенолиндофенолята натрия до установления светло-розовой окраски.

Химизм реакции:



Подготовка к испытанию

Приготовление экстрагирующего раствора

В качестве экстрагирующего раствора используют растворы кислот - соляной с массовой долей 2%, метафосфорной с массовой долей 3% или смеси уксусной и метафосфорной кислот, которую готовят следующим образом: 15 г метафосфорной кислоты растворяют в 250 см³ дистиллированной воды, прибавляют 40 см³ ледяной уксусной кислоты, доводят водой до объема 500 см³, перемешивают и фильтруют в склянку с притертой пробкой. Хранят в холодильнике не более 10 дней.

Приготовление стандартных растворов аскорбиновой кислоты

Для приготовления раствора аскорбиновой кислоты концентрации 1,0 г/дм³ взвешивают 0,1000 г аскорбиновой кислоты с погрешностью не более $\pm 0,0001$ г, растворяют в экстрагирующем растворе в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят до метки тем же раствором и перемешивают. Для приготовления раствора концентрации 0,1 г/дм³ вносят пипеткой 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты концентрации 1,0 г/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки экстрагирующим раствором и перемешивают. *Растворы аскорбиновой кислоты неустойчивы, поэтому их готовят перед проведением испытания.*

Приготовление раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия и определение его титра

0,05 г 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия (реактива Тильманса) растворяют приблизительно в 150 см³ горячей воды, предварительно прокипяченной в течение 30 мин или содержащей 0,042 г двууглекислого натрия, охлаждают до комнатной температуры, доводят до объема 200 см³ той же охлажденной водой, перемешивают и фильтруют в темную склянку. *Раствор хранят в холодильнике не более 10 дней.* Титр раствора реактива Тильманса устанавливают по стандартному раствору аскорбиновой кислоты концентрации 1,0 и 0,1 г/дм³ в день проведения испытания. Для этого в две колбы вместимостью 50 см³, в которые предварительно прибавлено по 9 см³ воды, вносят пипеткой по 1 см³

раствора аскорбиновой кислоты и быстро титруют раствором реактива Тильманса до светло-розовой окраски, не исчезающей в течение 15-20 с.

Одновременно проводят контрольное испытание: в колбу вместимостью 50 см³ вносят 1 см³ экстрагирующего раствора, 9 см³ дистиллированной воды и титруют раствором реактива Тильманса. Титр реактива Тильманса в граммах аскорбиновой кислоты, эквивалентного 1 см³ раствора реактива Тильманса, вычисляют по формуле $T = \frac{m}{V_1 - V}$,

где m - масса аскорбиновой кислоты, содержащаяся в 1 см стандартного раствора, г ($m = C_f \cdot M_f \cdot V = 1\text{н} \cdot 88 \text{ г/моль} \cdot V(\text{л})$);

V₁ - объем раствора реактива Тильманса, израсходованный на титрование стандартного раствора аскорбиновой кислоты, см³;

V - объем раствора реактива Тильманса, израсходованный на контрольное испытание, см³.

Приготовление раствора ацетатного буферного, с рН 4 готовят следующим образом: растворяют 30 г безводного уксуснокислого натрия в 70 см³ дистиллированной воды, добавляют 100 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешивают и с помощью рН-метра устанавливают рН 4, добавляя, при необходимости, снова кислоту.

Проведение испытания

Экстрагирование

Для приготовления экстракта навеску пробы массой от 5 до 50 г взвешивают с погрешностью ±0,01 г.

Для экстрагирования витамина С из сухих продуктов навеску пробы от 5 до 10 г растирают в ступке с небольшими количествами экстрагирующего раствора кислоты или смеси кислот (не менее 1 см раствора на 1 г пробы) и песка, переносят в мерную колбу или мерный цилиндр вместимостью 100 см³, смывая ступку и пестик небольшими порциями экстрагирующего раствора до тех пор,

пока объем не достигнет метки. Содержимое выдерживают в течение 10 мин, перемешивают и фильтруют.

Для экстрагирования витамина С из продуктов плотной консистенции навеску пробы от 5 до 50 г гомогенизируют не более 2 мин с небольшим количеством экстрагирующего раствора (не менее 1 см раствора на 1 г пробы) и переносят в мерные колбу или цилиндр вместимостью 100 см³, смывая гомогенизатор небольшими порциями экстрагирующего раствора до тех пор, пока объем не достигнет метки. Содержимое выдерживают в течение 10 мин, перемешивают и фильтруют.

Для экстрагирования витамина С из жидких продуктов навеску пробы от 5 до 50 г переносят в мерные колбы или цилиндр вместимостью 100 см³, смывая стенки стакана небольшими порциями экстрагирующего раствора до тех пор, пока объем не достигнет метки. Содержимое выдерживают в течение 10 мин, перемешивают и фильтруют.

При исследовании продуктов, содержащих диоксид серы (SO₂), навеску пробы от 5 до 50 г обрабатывают также, как и в предыдущих случаях, переносят в мерные колбу или цилиндр вместимостью 100 см³, добавляют ацетон в объёме, равном 1/5 части массы навески, перемешивают, доводят до метки экстрагирующим раствором. Содержимое выдерживают 10 мин, снова перемешивают и фильтруют.

При исследовании продуктов, фасованных в металлическую тару, навеску пробы от 5 до 30 г обрабатывают в зависимости от вида продукта, переносят в мерные колбу или цилиндр вместимостью 100 см³ при помощи экстрагирующего раствора, доводят до объема 50 см³ и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 10 см³ насыщенного уксуснокислого натрия или 30 см³ ацетатного буферного раствора, прибавляют 10 см³ раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты или ее соли, перемешивают, доводят до метки экстрагирующим раствором, снова перемешивают и фильтруют.

Полученные экстракты сразу используют для титрования.

Визуальное титрование

В колбу вместимостью 50 или 100 см пипеткой вносят от 1 до 10 см экстракта, доводят объем водой до 10 см³ и титруют раствором реактива Тильманса до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 15-20 с.

Одновременно проводят контрольное испытание на содержание в продукте редуцирующих веществ. Для этого в колбу помещают такой же объем экстракта, прибавляют равный ему объем ацетатного буферного раствора, раствор формальдегида в объеме, равном половине объема буферного раствора, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин, закрыв предварительно колбу пробкой. Затем содержимое титруют раствором реактива Тильманса.

За результат титрования принимают среднее арифметическое результатов двух титрований одного экстракта. При повторном титровании в области предполагаемой точки эквивалентности раствор реактива Тильманса прибавляют по 1-2 капли.

Обработка результатов

Массовую долю аскорбиновой кислоты (X) в процентах вычисляют

по формуле
$$X = \frac{100 \cdot (A - V) \cdot Об \cdot T}{Об_1 \cdot m},$$

где А - объем раствора реактива Тильманса, израсходованный на титрование экстракта пробы, мл;

V- объем реактива Тильманса, израсходованный на контрольное испытание, мл;

Об - общий объём экстракта, (100 мл);

Об₁ - объем экстракта, используемый для титрования, мл;

m - масса навески продукта, г;

T - титр, г/см³ (0,088 г/мл).

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до четырех

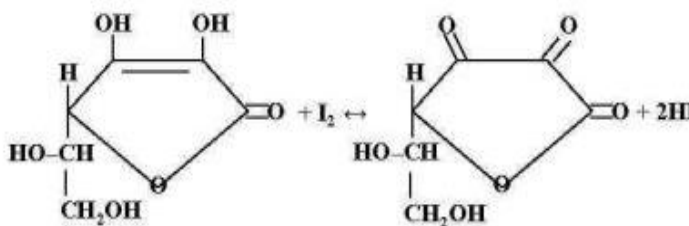
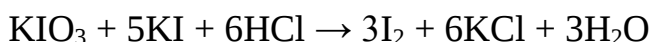
значащих цифр после запятой, результат округляют до трех значащих цифр и выражают в виде произведения числа на 10^{-3} . Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 3% от среднего арифметического значения при доверительной вероятности 0,95.

Контрольные задания

1. На какой химической реакции основан титриметрический метод определения витамина С раствором 2,6- дихлорфенолиндофенолята натрия?
2. Как готовится экстрагирующий раствор и как проводится экстракция витамина С из плодов и ягод?
3. Как готовится раствор 2,6- дихлорфенолиндофенолята натрия и устанавливается его титр?
4. Как вычисляют массовую долю аскорбиновой кислоты в плодах и овощах при титриметрическом определении витамина С раствором 2,6- дихлорфенолиндофенолята натрия ?

ТЕМА 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА С ИОДАТОМ КАЛИЯ (фармакопейный метод)

Метод основан на восстановительных свойствах аскорбиновой кислоты. В основе йодатометрии лежат следующие реакции:



Экстракты ягод, соков, содержащие витамин С, имеют красное окрашивание, поэтому реактив Тильманса использовать в целях определения витамина С в окрашенных экстрактах не получится. Для этого можно использовать титрование с иодатом калия, так как в процессе титрования получается сине-фиолетовое окрашивание. Расход плодово-ягодного сырья 10 г., соков - 50 мл.

Данный метод основан на экстрагировании витамина С раствором кислоты (смесью соляной и щавелевой) с последующим титрованием визуальным раствором иодата калия ($\text{KIO}_3 + \text{KI}$) в присутствии крахмала до установления сине-фиолетовой окраски.

Подготовка к испытанию

Приготовление раствора 0,001 н KIO_3 : $m = C_f \times M_f \times V = 0,01 \text{ н} \times 214/6 \text{ г/моль} \times 1 \text{ л} = 0,3568 \text{ г}$. В мерную колбу на 1 л поместить 0,3568 г KIO_3 , растворять в дистиллированной воде, довести объем дистиллированной воды до метки, получаем 0,01 н раствор иодата калия. 10 мл раствора KIO_3 перенести в мерную колбу на 1 л и довести объем дистиллированной водой до метки, получаем раствор 0,001 н KIO_3 .

Приготовление стандартных растворов аскорбиновой кислоты

Для приготовления раствора аскорбиновой кислоты концентрации 1,0 г/дм³ взвешивают 0,1000 г аскорбиновой кислоты с погрешностью не более $\pm 0,0001 \text{ г}$, растворяют в экстрагирующем растворе в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят до метки тем же раствором и перемешивают. Для приготовления раствора концентрации 0,1 г/дм³ вносят пипеткой 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты концентрации 1,0 г/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки экстрагирующим раствором и перемешивают. *Растворы аскорбиновой кислоты неустойчивы, поэтому их готовят перед проведением испытания.*

Одновременно проводят контрольное испытание: в колбу вместимостью 50 см³ вносят 1 см³ экстрагирующего раствора, 9 см³ дистиллированной воды и титруют раствором KIO_3 . Титр KIO_3 в граммах аскорбиновой кислоты, эквивалентного 1 см³ раствора реактива Тильманса, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V_1 - V_2},$$

где m - масса аскорбиновой кислоты, содержащаяся в 1 см³ стандартного раствора, г ($m = C_f \cdot M_f \cdot V = 1 \text{ н} \cdot 88 \text{ г/моль} \cdot V(\text{л})$);

V_1 - объем раствора KIO_3 , израсходованный на титрование стандартного раствора аскорбиновой кислоты, $см^3$;

V - объем раствора KIO_3 , израсходованный на контрольное испытание, $см^3$.

Проведение испытания (экстрагирование, визуальное титрование)

Навеску 10 г свежих ягод залить в ступке 20 $см^2$ 1% HCl , растереть не более 10 минут. Полученный раствор слить из ступки в мерную колбу на 100 $см^3$, довести до метки 1% щавелевой кислотой, оставить на 5 минут. Затем фильтровать через обеззоленный бумажный фильтр в стакан. Для титрования вытяжек взять 2 порции по 5 мл, налить в стаканы на 50 $см^3$. Добавить в стаканы с фильтратом 2 капли крахмала и кристаллик KI , титровать из микробюретки 0,001 н раствором KIO_3 .

Обработка испытания

Расчёт аскорбиновой кислоты (мг/100 г свежей мякоти) провести по формуле

$$X = \frac{100 \cdot A \cdot Об \cdot 0,088}{Об_1 \cdot H},$$

где A -мл KIO_3 , израсходованный на титрование экстракта пробы (с учетом поправки на титрование чистого растворителя);

Об - общий объём вытяжки, мл;

Об₁ - взято на титрование, мл;

H - масса навески, г;

0,088 - мг аскорбиновой кислоты соответствует 1 $см^3$ 0,001 н KIO_3 .

Йодометрический метод определения витамина С

Данный метод позволяет определять витамин С в окрашенных экстрактах и соках. В мерную колбу на 100 мл прилить 10 мл сока, добавить 10 мл 2% -ного раствора соляной кислоты, добавить 20 мл раствора I_2 (0,005 моль экв/л). Оставить в тёмном месте на 3 минуты. Затем добавить 2 мл крахмала, разбавить дистиллированной водой до 100 мл. Для титрования вытяжек 2 порции пробы по 5 мл, налить в стаканы на 50 $см^3$. Добавить в стаканы с пробой 2 капли крахмала и кристаллик KI , титровать из микробюретки 0,01 н раствором тиосульфата

натрия до обесцвечивания. Расчёт аскорбиновой кислоты (мг/100 г свежей мякоти) провести по формуле $X = \frac{100 \cdot A \cdot 0,088}{Об}$, где А - мл $Na_2S_2O_3$, израсходованный на титрование пробы; Об - взято на титрование, 0,088 - мг аскорбиновой кислоты соответствует 1 см³ 0,01 н $Na_2S_2O_3$.

Контрольные задания

1. На какой реакции основан титриметрический метод определения аскорбиновой кислоты раствором иодата натрия?
2. Как приготовить раствор 0,001 н KIO_3 ?
3. Как приготовить стандартные растворы аскорбиновой кислоты концентрацией 1,0 г/дм³ и 1,0 г/дм³?
4. Как рассчитать содержание аскорбиновой кислоты при титриметрическом определении витамина С раствором иодата натрия? В каких единицах измерения оно проводится?

ТЕМА 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА С В МОЛОКЕ И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

ГОСТ 30627.2-98 ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Методы измерений массовой доли витамина С (аскорбиновой кислоты)

Отбор проб и подготовка их к измерению по ГОСТ 26809.

Подготовка к выполнению измерения

Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³

Взвешивают $(30,00 \pm 0,04)$ г растертой в ступке метафосфорной кислоты, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³

Необходимый для измерения объем водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм^3 смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Приготовление водного раствора соляной кислоты массовой концентрации 20 г/дм^3

46 см^3 соляной кислоты плотностью $1,185 \text{ г/см}^3$ растворяют в $300\text{-}500 \text{ см}^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 , доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 1 мг/см^3

Взвешивают $(0,100 \pm 0,001) \text{ г}$ витамина С, растворяют в $30\text{-}50 \text{ см}^3$ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят до метки тем же раствором. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации $0,1 \text{ мг/см}^3$

10 см^3 основного раствора витамина С растворяют в $30\text{-}50 \text{ см}^3$ раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят до метки тем же раствором. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Приготовление раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия (раствор красителя)

Взвешивают $(0,200 \pm 0,001) \text{ г}$ 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, растворяют в 300 см^3 свежекипяченной дистиллированной воды температурой $(80 \pm 5) ^\circ\text{C}$, фильтруют через складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и промывают фильтр водой той же температуры. Охлаждают раствор до $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и доводят

до метки охлажденной до той же температуры дистиллированной водой. Раствор хранят при $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$ не более 7 сут.

Определение титра раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия

В две конические колбы наливают по 9 см³ водных растворов метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ или соляной кислоты массовой концентрации 20 г/дм³ и по 1 см раствора витамина С массовой концентрации 0,1 мг/см³ и быстро титруют раствором 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия до светло-розовой окраски, не исчезающей в течение 15 с.

Таким же образом титруют 10 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм (холостая проба).

Титр раствора Т, мг/см³, вычисляют по формуле $T = \frac{0,1 \cdot 1,0}{V - V_0}$,

где 1,0 - значение объема раствора витамина С, см³;

0,1 - значение массовой концентрации рабочего раствора витамина С, мг/см³;

V - объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия,

израсходованного на титрование рабочего раствора витамина С, см³;

V₀ - объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия,

израсходованного на титрование метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм (холостая проба), см³.

Подготовка фильтрата

Взвешивают (10,00±0,04) г продукта и вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ (при расчетной массовой доле витамина С в продукте от 20 до 80 млн⁻¹), 100 см³ (при расчетной массовой доле витамина С в продукте свыше 80 млн⁻¹), добавляют 15-20 см³ раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³, перемешивают не менее 1 мин, доводят до метки раствором метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³, перемешивают и фильтруют. Вместо метафосфорной кислоты можно использовать соляную кислоту.

Проведение измерения

10 см³ фильтрата вносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ и титруют раствором 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 15 с.

Обработка результатов измерения

Массовую долю витамина С (аскорбиновой кислоты) X , млн⁻¹ вычисляют по

$$\text{формуле } X = \frac{1000 \cdot (V - V_0) \cdot \text{Об} \cdot T}{\text{Об}_1 \cdot m}$$

где T - титр раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, мг/см³ ;

V - объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³ ;

V_0 - объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, см³ ;

Об - общий объем раствора, см³ ;

1000 - коэффициент пересчета, мкг;

Об_1 - объем фильтрата, взятый на титрование, см ;

m - масса пробы продукта, г.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа. Относительная погрешность измерения массовой доли витамина С - $\pm 15\%$ при доверительной вероятности $=0,95$. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать 7% среднего арифметического значения результатов измерений.

Контрольные задания

1. Как готовится раствор 2,6- дихлорфенолиндофенолята натрия и устанавливается его титр?
2. Какой экстрагирующий раствор готовят для определения витамина С в молочных продуктах?

3. Как вычисляют содержание аскорбиновой кислоты в молочных продуктах при титриметрическом определении витамина С раствором 2,6-дихлорфенолиндифенолята натрия? В каких единицах измерения оно проводится?

ТЕМА 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРЕКИСНОГО ЧИСЛА В РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЛАХ И ЖИВОТНЫХ ЖИРАХ

ГОСТ Р 51487-99 МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ

Метод определения перекисного числа

Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия продуктов окисления растительных масел и животных жиров (перекисей и гидроперекисей) с йодистым калием в растворе уксусной кислоты и изookтана или хлороформа с последующим количественным определением выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом.

В настоящем стандарте используют следующий термин с соответствующим определением: перекисное число: Количество таких веществ в пробе, выраженное в ммоль ($1/2 O$) активного кислорода на 1 кг жира, которые при установленных условиях определения окисляют йодистый калий.

Подготовка к определению

Приготовление и проверка растворов

Раствор йодистого калия хранят в темном сосуде. Раствор йодистого калия концентрации 50-55% перед использованием проверяют. Для этого добавляют 2 капли раствора крахмала

к 0,5 см³ раствора йодистого калия и 30 см³ смеси уксусной кислоты и изookтана (хлороформа). Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 1 капли раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм (6.5), то раствор йодистого калия не используют и готовят свежий раствор. 8.1.2 Раствор крахмала готовят следующим образом: 5 г

растворимого крахмала смешивают с 30 см³ воды, добавляют эту смесь к 1000 см³ кипящей воды и кипятят в течение 3 мин.

Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)=0,1 моль/дм³ готовят двумя способами: - из серноватистокислого натрия-реактива; - из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислого натрия

Смесь уксусной кислоты с изооктаном (хлороформом) 60:40 объемная доля, приготовленная смешиванием 3 объемов уксусной кислоты (6.1) и 2 объемов изооктана (хлороформа)

Раствор тиосульфата натрия из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислого натрия готовят следующим образом. Теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют специальную воронку с вложенным в нее стеклянным бойком (обычно прилагается к каждой коробке стандарт-титров), острый конец которого должен быть обращен вверх. Если специальной воронки нет, можно пользоваться химической воронкой, вставив в нее стеклянный боек. Когда боек будет правильно уложен в воронке, ампуле с веществом дают свободно падать так, чтобы тонкое дно ампулы разбилось при ударе об острый конец бойка. После этого пробивают верхнее углубление ампулы и все содержимое ее осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу, не изменяя ее положения, промывают дистиллированной водой из промывалки. Промыв ампулу, ее удаляют, а раствор доливают дистиллированной водой до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно встряхивают до полного растворения вещества. Раствор годен к применению через 10-14 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла, срок хранения 1 месяц..

Для получения раствора тиосульфата натрия необходимых молярных концентраций ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)=0,002 моль/дм³ и ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)=0,01 моль/дм³ растворы, разбавляют соответственно в 50 и 10 раз. Разбавление проводят непосредственно перед использованием.

Подготовка испытуемой пробы

Подготовка испытуемой пробы по ИСО 661. Если лабораторная проба предназначена не только для определения перекисного числа, но и других показателей, испытуемую пробу для определения перекисного числа отбирают первой. Твердые жиры не следует расплавлять. Отбирают часть жира из середины лабораторной пробы, не допуская попадания жира с поверхности в испытуемую пробу. Немедленно переносят испытуемую пробу в коническую колбу и закрывают ее. Частично твердые лабораторные пробы гомогенизируют перемешиванием при легком нагревании, если это необходимо, стараясь удалить воздух из пробы. Испытуемую пробу отбирают из середины лабораторной пробы. Если растительное масло прозрачное, лабораторную пробу хорошо перемешивают. При наличии в масле мути или осадка пробу фильтруют при температуре $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$. Испытуемую пробу отбирают пипеткой из середины лабораторной пробы. Все лабораторные пробы хранят в холодильнике в склянках из темного стекла с притертыми крышками не более 5 дней.

Проведение определений

Метод с применением изookтана

Коническую колбу предварительно продувают чистым сухим инертным газом (двуокисью углерода, азотом). В колбу на весах взвешивают навеску продукта массой $2\pm 0,01$ г. Приливают 50 см^3 раствора смеси уксусной кислоты с изookтаном и закрывают колбу. Встряхивают колбу до тех пор, пока проба не растворится. Приливают пипеткой $0,5\text{ см}^3$ насыщенного раствора йодистого калия и закрывают колбу пробкой. Дают пройти реакции в течение (60 ± 1) с, тщательно взбалтывая не менее 3 раз за этот промежуток времени, затем немедленно приливают 30 см^3 дистиллированной воды. Титруют полученную смесь раствором тиосульфата натрия, приливая его постепенно из бюретки при постоянном тщательном встряхивании до тех пор, пока желтый цвет йода полностью не исчезнет. Приливают $0,5\text{ см}^3$ раствора крахмала и продолжают титрование при постоянном встряхивании, особенно в конце титрования, для

высвобождения всего йода из слоя растворителя, приливая по каплям раствор тиосульфата натрия до тех пор, пока синий цвет полностью не исчезнет.

Если на титрование расходуют менее $0,5 \text{ см}^3$ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $0,01 \text{ моль/дм}^3$, определение повторяют, используя раствор тиосульфата натрия молярной концентрации $0,002 \text{ моль/дм}^3$. Для нейтрализации цвета крахмала при значении перекисного числа $35 \text{ ммоль (1/2 O) / кг}$ и более требуется обычно 15-30 с. Это вызвано способностью изооктана подниматься на поверхность водной среды, что требует некоторого времени для полного перемешивания растворителя и водного титрующего реактива и для высвобождения следов йода.

Для перекисных чисел $6 \text{ ммоль (1/2 O) / кг}$ и более рекомендуется

использовать раствор тиосульфата натрия молярной концентрации $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$, для перекисных чисел менее $6 \text{ ммоль (1/2 O) / кг}$ - раствор тиосульфата натрия молярной концентрации $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,002 \text{ моль/дм}^3$.

Метод с применением хлороформа

Навеску продукта массой $2 \pm 0,01$ на весах взвешивают в коническую колбу. Если колбу нельзя взвесить непосредственно, то навеску продукта взвешивают в стаканчик. В случае, если взвешивание производилось в стаканчике, то его вместе с навеской помещают в колбу. В колбу с навеской приливают 10 см^3 хлороформа, быстро растворяют пробу, приливают 15 см^3 уксусной кислоты и 1 см^3 50-55%ного раствора йодистого калия, после чего колбу сразу же закрывают, перемешивают содержимое в течение 1 мин и оставляют на 5 мин в темном месте при температуре $15-25^\circ\text{C}$. Приливают в колбу 75 см^3 воды, тщательно перемешивают и добавляют раствор крахмала до появления слабой однородной фиолетово-синей окраски. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно-белой окраски, устойчивой в течение 5 с, используя раствор молярной концентрации $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,002 \text{ моль/дм}^3$, если предполагаемое значение перекисного числа менее $6,0 \text{ ммоль/кг}$. Если предполагаемое значение перекисного числа $6,0 \text{ ммоль/кг}$ и более, после

добавления воды и перемешивания выделившийся йод титруют раствором молярной концентрации $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0,01$ моль/дм³ до заметного снижения интенсивности окраски раствора. Осторожно добавляют крахмал до появления слабой однородной фиолетово-синей окраски. Оставшийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно-белой окраски в конце титрования. Допускается наличие различных оттенков окраски в соответствии со специфическими особенностями окраски испытуемых масел и жиров.

Контрольное определение Контрольное определение выполняют параллельно с основным определением. Если на контрольное определение требуется более 0,05 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,002 моль/дм³, проверяют соответствие реактивов требованиям стандарта и, в случае несоответствия, готовят новые реактивы и повторяют определение.

Обработка результатов

Перекисное число, ммоль (1/2 O)/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{1000 \cdot (V - V_0) \cdot C}{m}$$

где V - объем раствора тиосульфата натрия, использованный при определении, см ;

V_0 - объем раствора тиосульфата натрия, использованный при контрольном определении, см ;

C - действительная концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной молярной концентрации, моль/дм ;

m - масса навески продукта, г .

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Вычисление выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Точность определения

Повторяемость

Расхождение между результатами двух независимых единичных определений, выполненных при использовании одного метода, на идентичном испытуемом материале, в одной лаборатории, одним аналитиком, на одном оборудовании за короткий промежуток времени, не должно превышать при доверительной вероятности 0,95, %:

- для метода с применением изооктана:

10 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел, равных или менее 20 ммоль (1/2 O)/кг;

- для метода с применением хлороформа: 10 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел менее 3 ммоль (1/2 O)/кг и

5 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел 3 ммоль (1/2 O)/кг и более.

Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных определений, выполненных одним методом, на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными аналитиками, на различном оборудовании, не должно превышать при доверительной вероятности 0,95, %:

- для метода с применением изооктана: 75 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел, равных или менее 20 ммоль (1/2O)/кг;

- для метода с применением хлороформа: 75 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел менее 3 ммоль (1/2O)/кг и

37,5 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел 3 ммоль (1/2 O)/кг и более.

Требования техники безопасности

Изооктан горюч, легковоспламеним, токсичен при вдыхании и попадании в органы пищеварения. Хлороформ негорюч, обладает общетоксическим и

наркотическим действием. Уксусная кислота - легковоспламеняющаяся жидкость со специфическим запахом. Оказывает сильное раздражающее действие на кожу и ткани. Работа с изооктаном, хлороформом и уксусной кислотой проводится с соблюдением правил личной гигиены. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

Контрольные задания

1. Перечислите показатели качества для растительных масел.
2. На чём основан метод определения перекисного числа в растительных маслах и по какому ГОСТу определяется этот показатель?
3. В каких единицах измерения и по какой формуле рассчитывается перекисное число в растительном масле?
4. Какие растворители используются для определения перекисного числа в растительных маслах и почему при работе с ними нужно соблюдать технику безопасности?
5. Какая посуда используется для определения перекисного числа в растительном масле?
6. Как приготовить растворы тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) молярной концентрации 0,002 моль/дм³ и 0,01 моль/дм³?

ТЕМА 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫЛА В РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЛАХ

ГОСТ 5480-59 МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ Методы определения мыла

Качественный метод - определяет отсутствие мыла (натриевых солей свободных жирных кислот) в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах. Количественные методы - определяют содержание мыла, оставшегося в масле после щелочной рафинации сырых масел, натуральных жирных кислотах.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТСУТСТВИЯ МЫЛА (качественный метод)

Аппаратура, реактивы, растворы

Плитка электрическая. Асбест. Стеклянные шарики или кусочки пемзы, или стеклянные капилляры. Колбы на 250 мл. Цилиндры. Вода дистиллированная. Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1%. Спирт этиловый.

Подготовка к испытанию

Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают. Масло берется для испытания в непрофильтрованном виде.

Проведение испытания

В конической колбе вместимостью 250 см³ предварительно кипятят 50 см³ дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 см³ испытуемого масла и кипятят в течение 5-10 мин. Для равномерности кипения в колбу помещают кусочки пемзы или стеклянные капилляры. По окончании кипячения колбу ставят на лист белой бумаги и добавляют еще несколько капель фенолфталеина.

При отсутствии мыла в масле нижний слой в колбе после охлаждения должен оставаться бесцветным. Чувствительность метода 0,02%.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ СПИРТО-БЕНЗИНОВОГО РАСТВОРА

Аппаратура, реактивы, растворы

Плитка электрическая. Весы Бюльи водяная. Термометр лабораторный, обеспечивающий температуру 100 °С. Колбы Кн-1-250. Цилиндры 1(3)-10(25-50-100). Бюретка 1(2, 3, 6)-1(2)-2(5)-0,01. Пипетка 2(3)-1(2)-5(10). Спирт этиловый. Бензин авиационный. Кислота серная 0,1 моль/дм³. Кислота соляная 0,1 моль/дм³. Метиловый красный, водный раствор с массовой долей 0,2%. Вода дистиллированная.

Проведение испытания

В коническую колбу берут навеску исследуемого масла массой 10 г, прибавляют 5 см³ этилового спирта с массовой долей 95% и 30 см³ бензина и взбалтывают до полного растворения масла. К полученной жидкости добавляют 50 см³

дистиллированной воды, нагретой до 80-90 °С, взбалтывают до образования эмульсии, прибавляют 5 капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации (H_2SO_4) или концентрации (HCl)=0,1 или 0,01 моль/дм (жидкость во все время титрования должна оставаться горячей). Прибавление кислоты при титровании производится малыми порциями: вначале по 3-4 капли, затем по 1 капле при интенсивном перемешивании жидкости. После прибавления каждой новой капли кислоты и энергичного перемешивания жидкости смеси дают расслоиться и наблюдают окраску нижнего водного слоя. Как только водный слой титруемой жидкости приобретает слегка розовый оттенок, титрование заканчивают. В этой же колбе (после того как она будет вымыта) проводят контрольный опыт с точно таким же количеством спирта, бензина и воды, но без навески масла.

Порядок расчета

Содержание мыла () в испытуемом масле в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F \cdot 0,0304}{m} \cdot 100$$

V_1 - количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте, см³;

V_2 - количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при контрольном опыте, см³;

F - отношение фактической мольной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной мольной концентрации растворов такой же концентрации;

0,0304 - количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора серной или соляной кислоты концентрации $C(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или концентрации $C(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³.

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации $C(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или концентрации $C(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³ при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

m - навеска масла, г.

Конечный результат выражается как среднее арифметическое из двух параллельных определений. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,01%

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ АЦЕТОНОВОГО РАСТВОРА

Приготовление реактивов Для приготовления раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01% в ацетоне навеску бромфенолового синего массой 0,1 г растворяют в 20 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном. Для приготовления раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации (HCl)=0,01 моль/дм³, 100 см³ водного раствора соляной кислоты концентрации (HCl)=0,1 моль/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном. Для установления значения концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации (HCl)=0,01 моль/дм в колбу берут 10 см³ раствора едкого натра концентрации (NaOH)=0,01 моль/дм, добавляют 50 см³ ацетонового раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации (HCl)=0,01 моль/дм³ до перехода синезеленой окраски в желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Делают три параллельных титрования и берут среднеарифметическую величину количества (см³) соляной кислоты, пошедшей на титрование. Определяют (HCl) - отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной концентрации HCl в ацетоне концентрации (HCl)=0,01 моль/дм³ по формуле

$$K(HCl) = \frac{10 \cdot K(NaCl)}{V}$$

K(NaOH) - отношение фактической мольной концентрации раствора NaOH к номинальной мольной концентрации раствора NaOH концентрации (NaOH)=0,01 моль/дм³;

V- количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации (HCl)=0,01 моль/дм³, израсходованное на титрование, см³

Проведение испытания В сухую взвешенную коническую колбу берут от 5 до 40 г масла (в зависимости от содержания в нем мыла), приливают 50 см раствора индикатора бромфенолового синего в ацетоне, хорошо встряхивают и дают расслоиться. При наличии мыла в масле верхний ацетоновый слой окрашивается в зелено-синий цвет. Мыло оттитровывают раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации $(HCl)=0,01$ моль/дм³ до перехода окраски верхнего слоя в желтый цвет, соответствующий цвету раствора индикатора. Титрование ведут при частом встряхивании и подогревании колбы в теплой воде до 30-40 °С.

Обработка результатов

Массовую долю мыла в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по

$$X = \frac{K(HCl) \cdot V \cdot 0,304}{m}$$

формуле

где $K(HCl)$ - отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной мольной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $(HCl)=0,01$ моль/дм³ ;

V - количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $(HCl)=0,01$ моль/дм³ , израсходованное на титрование, см³ ;

0,304 - количество мыла, соответствующее 1 см раствора концентрации $(HCl)=0,01$ моль/дм³ , умноженное на 100, г;

m - навеска масла (жира), г

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6% при определении в одной и той же лаборатории, а расхождения между результатами, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 16%.

Контрольные задания

1. Какие методы определения мыла в подсолнечном масле бывают?
2. Какая посуда используется для определения мыла в подсолнечном масле?

3. По каким ГОСТам определяются такие показатели качества растительных масел, как 1) цветное число; 2) массовая доля влаги и летучих веществ?

1. В каких единицах измерения и по какой формуле рассчитывается содержание мыла в растительном масле?

ТЕМА 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ И СУХОГО ВЕЩЕСТВА В МОЛОКЕ И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

ГОСТ Р 54668-2011 МОЛОКО И ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества

Массовая доля влаги: Отношение массы влаги, содержащейся в продукте, к общей массе продукта, выраженное в процентах; **массовая доля сухого**

вещества: Составные части продукта, за исключением воды, в процентах.

Метод определения массовой доли влаги (или сухого вещества) в продукте основан на высушивании анализируемой пробы продукта при постоянной температуре и вычислении массовой доли влаги (или сухого вещества) по потере массы анализируемой пробы в процентах.

Подготовка к проведению определения

Подготовка проб Пробу продукта без добавок или пробу продукта, содержащего ароматизаторы, пищевкусовые добавки, образующие с продуктом однородную структуру, а также неотделяемые пищевкусовые компоненты (например, с кокосовой стружкой), полностью освобождают от упаковки (при наличии), помещают в лабораторный стакан вместимостью 500 см³ и нагревают на водяной бане до температуры $(32 \pm 2)^\circ\text{C}$, тщательно перемешивая шпателем до получения однородной смеси, не допуская разжижения продукта и касания стенок стакана для освобождения смеси от воздушных пузырьков

Метод определения массовой доли влаги и сухого вещества в молочных, молочных составных и молокосодержащих продуктах высушиванием анализируемой пробы при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$

Метод может применяться при возникновении разногласий в оценке

качества (в качестве арбитражного).

Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы, шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры до 105 °С с допустимой погрешностью ± 2 °С; гомогенизатор роторный, эксикатор, бюксы, пипетки вместимостью 10 см³; палочки стеклянные оплавленные, бумага лакмусовая; прибор нагревательный; сито с размером отверстий диаметром 1,0-1,5 мм; песок речной промытый и прокаленный; Кальций хлористый безводный

Кислота соляная концентрированная.

Вода дистиллированная

Подготовка к проведению измерений

Песок просеивают через сито с отверстиями диаметром 1,0-1,5 мм и отмывают питьевой водой от взвешенных частиц. Затем заливают соляной кислотой в соотношении 1:1, но так, чтобы песок был полностью покрыт соляной кислотой, перемешивают стеклянной палочкой, дают отстояться в течение 10 ч. Сливают соляную кислоту, вначале промывают песок питьевой водой до нейтральной реакции (по лакмусовой бумажке), затем дистиллированной водой, высушивают и прокаливают. Песок охлаждают и хранят в банке с плотно закрытой пробкой.

Проведение измерений

Бюксу с 20-30 г песка, и стеклянной палочкой, не выступающей за края бюксы, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение 30-40 мин. После этого бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата, в граммах, до четвертого десятичного знака. В эту же бюксу вносят 5,0-5,1 г молока или сливок, 5,0-5,1 г мороженого, 3,0-5,0 г творога или творожных продуктов с записью результата, в граммах, до четвертого знака после запятой, бюксу закрывают крышкой и немедленно взвешивают.

Затем содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой до получения однородной массы. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф с температурой $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$. По истечении 2 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают.

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение 1 ч до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет менее или равна 0,001 г. Если при одном из взвешиваний после высушивания будет найдено увеличение массы, для расчетов принимают результаты предыдущего взвешивания.

Обработка результатов измерений

Массовую долю сухого вещества в анализируемой пробе продукта

X , %, вычисляют по формуле
$$X = \frac{100 \cdot (m_1 - m_o)}{m - m_o}$$

где m_1 - масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и анализируемой пробой после высушивания, г; m_o - масса бюксы с песком и стеклянной палочкой, г; m - масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и анализируемой пробой продукта до высушивания, г.

За окончательный результат определения для каждого анализируемого продукта принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округлённое до первого десятичного знака.

Массовую долю влаги в анализируемой пробе продукта X_v , %, вычисляют по формуле $X_v = 100 - X$, где X_v - массовая доля сухого вещества в %.

Метрологические характеристики

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли сухого вещества и влаги при $P=0,95$ приведены в таблице 6.

Таблица 6

Наименование продукта	Диапазон измерений массовой доли влаги и сухого вещества, %	Предел повторяемости r , %	Предел воспроизводимости R , %	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, %
Молоко, сливки	0,5-99,0	0,1	0,3	0,2
Другие молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты	0,5-99,0	0,2	0,4	0,3

Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли влаги и сухого вещества в анализируемых пробах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$|X1 - X2| \leq r$, где $X1$ и $X2$ - значения результатов двух параллельных определений массовой доли влаги и сухого вещества в анализируемых пробах, полученные в условиях повторяемости.

r - предел повторяемости (сходимости), значение которого приводится в таблицах.

Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определений массовой доли влаги и сухого вещества в анализируемых пробах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m=2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6. Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$X_1 - X_2 \leq R$, где X_1 и X_2 - значения результатов двух измерений массовой доли влаги и сухого вещества в анализируемых пробах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости. R - предел воспроизводимости, значение которого приводится в таблицах.

Оформление результатов определения

Окончательный результат определений массовой доли влаги или сухого вещества X , %, при $P=0,95$ в документах, предусматривающих их использование, выражают в виде: $X = X_{\text{ср}} \pm \Delta$,

где $X_{\text{ср}}$ - среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ - границы абсолютной погрешности, % значения которых приведены в таблицах.

Контрольные задания

1. На каком методе основывается нахождение массовой доли влаги и сухого вещества в молочных продуктах?
2. По какой формуле вычисляется массовая доля влаги и сухого вещества в молочных продуктах?
3. Как произвести проверку приемлемости результатов измерений?

ТЕМА 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХИХ ВЕЩЕСТВ И ВЛАГИ В ПЛОДАХ И ОВОЩАХ

ГОСТ 28561-90 ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Методы определения сухих веществ или влаги

ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Подготовка проб

Продукты твердой консистенции измельчают путем двукратного пропускания через мясорубку с решеткой с минимальным диаметром отверстий; в случае необходимости пробу дополнительно растирают в ступке так, чтобы размеры частиц отдельных компонентов продукта не превышали 1,5 мм;

Полужидкие продукты, измельченные до частиц размером менее 1 мм, перемешивают; недостаточно измельченные продукты гомогенизируют с помощью размельчителя тканей, гомогенизатора; сухие продукты измельчают в герметичной мельнице, кофемолке и пр., не допуская излишнего контакта продукта с воздухом; режим помола подбирают на специальной пробе продукта так, чтобы в подготовленной пробе сходы с сит N 1, 05 и 025 и проход через сито N 025 составляли примерно по 25% от общей массы; допускается использовать для анализа только мелкую фракцию продукта, если в предварительном эксперименте установлена идентичность результатов ее анализа результатам, полученным для средней пробы, состоящей из всех фракций.

Сразу же после приготовления пробу помещают в подходящий герметично закрывающийся сосуд, занимая ею не менее 2/3 его объема.

При необходимости перемешивание или рассев подготовленной пробы осуществляют в герметичном боксе, воздух в котором осушают с помощью прокаленного хлористого кальция. Рекомендуется хранить сосуды с пробами в таком боксе.

Термогравиметрический метод

Сущность метода

Метод состоит в высушивании разрыхленной или распределенной по абсорбирующей поверхности пробы продукта при повышенной температуре и атмосферном или пониженном давлении.

Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные, шкаф сушильный, эксикатор, стаканчики, водяная баня, сита с сетками, бокс, песок, спирт этиловый, вода дистиллированная,

Подготовка к испытанию

Пустые стаканчики или стаканчики с навесками песка массой 10-12 г или фильтровальной бумаги массой 4-5 г палочками высушивают вместе с крышками при 100-110 °С в течение 1 ч, охлаждают около 20 мин в эксикаторе

и взвешивают. Суммарные затраты времени на взвешивание стаканчиков не должны превышать 0,5 ч.

Проведение испытания

При испытаниях продуктов, подготовленная проба которых представляет собой полужидкую массу, навеску пробы берут в стаканчик с фильтровальной бумагой и равномерно распределяют продукт по бумаге. При испытаниях продуктов, подготовленная проба которых представляет собой густую или порошкообразную массу, навеску пробы берут в стаканчик с песком и перемешивают; при испытаниях порошкообразных продуктов, не комкующихся при сушке, песок не используют. При испытаниях продуктов, подготовленная проба которых представляет собой вязкую массу, навеску пробы берут в стаканчик с песком, добавляют 7- 8 см этилового спирта, содержимое перемешивают, стаканчик помещают на водяную баню и выпаривают спирт до исчезновения его запаха. Масса навески должна быть около 5,0000 г.

Сушильный шкаф выводят на заданный тепловой режим и ставят в него стаканчики с пробами, размещая их в установленной рабочей зоне камеры, где температура отличается от регистрируемой не более чем на $\pm 0,5$ °С. При использовании вакуумного шкафа устанавливают заданное давление в шкафу: рекомендуется в течение первых 1-3 ч сушки поддерживать давление в шкафу от 10 до 13 кПа, а затем - около 3 кПа; расход подаваемого в шкаф сухого воздуха или газа должен быть 30-40 дм³ /ч.

Метод высушивания до постоянной массы

Продукт выдерживают в шкафу в течение времени, равного приблизительно 70% полного времени сушки, установленного в предварительном эксперименте (см. приложение 1), после чего стаканчики с пробами извлекают из шкафа, закрывают крышками, охлаждают около 20 мин в эксикаторе и взвешивают. Продолжают высушивание проб в заданном режиме, проводя контрольные взвешивания через промежутки времени, равные примерно 10% полного времени сушки. Определяют изменение массы пробы в

течение каждого из этих периодов сушки и прекращают испытание, если снижение массы оказывается меньше 0,0020 г.

Допускается перерыв в проведении высушивания не более чем на 48 ч при условии хранения закрытых крышками стаканчиков с пробами в эксикаторе.

Метод высушивания до достижения заданного времени сушки при заданной температуре

Стаканчики с пробами выдерживают непрерывно в шкафу заданное время, отсчитываемое с момента загрузки шкафа, охлаждают около 20 мин в эксикаторе и взвешивают.

Обработка результатов

Массовую долю влаги в продукте X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} K \cdot 100$$

где m_1 - масса стаканчика с крышкой, палочкой и песком или фильтровальной бумагой (или без них) и пробой до высушивания, г;

m_2 - масса стаканчика с крышкой, палочкой, песком или фильтровальной бумагой (или без них) и пробой после высушивания, г;

K - поправочный коэффициент (см. приложение 2);

m_3 - масса стаканчика с крышкой, палочкой, песком или фильтровальной бумагой (или без них), г,

а массовую долю сухих веществ в продукте X_2

в процентах - по формуле $X_2 = 100 - X$.

Результат округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать:

- в методе высушивания до постоянной массы: 0,5% ($P = 0,95$) при одновременной сушке проб в шкафу и 1,0% ($P = 0,95$) при сушке проб в разное

время или в разных лабораториях;

- в методе высушивания до достижения заданного времени сушки при заданной температуре: 1% ($P=0,95$) при одновременной сушке проб в шкафу и 3% ($P=0,95$) при сушке проб в разное время или в разных лабораториях.

Таблица 7 - Режимы испытаний и ориентировочное время сушки до постоянной массы продуктов переработки плодов и овощей

Температура, °С	Продукт	Ориентировочное время сушки
88	Сушеный лук, чеснок, капуста, зелень	4,5-6,5
98	Сушеный картофель, корнеплоды, зеленый горошек	5-7
105	Консервы, быстрозамороженные продукты	5-7

Таблица 8 - Поправочный коэффициент, учитывающий неполное извлечение влаги из продукта или потерю имевшихся или образовавшихся в продукте летучих соединений

Метод испытания	Режим испытания	Наименование продукта	Поправочный коэффициент
Определение массовой доли влаги в продукте методом высушивания до постоянной массы в сушильном шкафу с естественной вентиляцией	Температура сушки 105 °С, атмосферное давление	Консервы - первые и вторые обеденные блюда, икра овощная, продукты для детского питания (пюре), быстрозамороженные и обжаренные продукты питания из картофеля	1
		Сухие продукты питания из картофеля	
		Морковь сушеная	0,9
		Свекла	
	Температура сушки 98 °С, атмосферное	Картофель	
		Капуста сушеная	0,7
		Лук сушеный	0,9
		Зелень сушеная	0,93
			0,7
			0,8
			1

	давление Температура сушки 88 °С, атмосферное давление		
Определение массовой доли влаги в продукте методом высушивания в сушильном шкафу с естественной или принудительной вентиляцией за установленное время	Температура 98 °С, атмосферное давление, время высушивания - 3 ч	Сушеные фрукты	1

Контрольные задания

1. В чём сущность методов определения сухих веществ и влаги в плодах и овощах?
2. Как происходит подготовка пробы к испытанию?
3. Как происходит испытание?
4. По какой формуле производят расчёт влаги и сухих веществ в плодах и овощах?

ТЕМА 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЬНОСТИ ЗЕРНА

ГОСТ 10847-2019 Зерно. Методы определения зольности

Масса золы: Количество минеральных несгораемых веществ, полученных после сжигания навески, выраженное в граммах.

Зольность (массовая доля золы): Отношение количества несгораемых минеральных веществ, полученных после сжигания навески (массы золы), к массе навески зерна, взятой для анализа, выраженное в процентах.

Первоначальное определение (испытание): Результат показателя зольности в средней пробе зерна, внесённый в товаросопроводительный документ.

Контрольное определение (испытание): Результат показателя зольности в средней пробе зерна, проводимого при возникновении разногласий в оценке зольности.

Сущность методов определения зольности заключается в сжигании навески размолотого зерна с последующим количественным определением несгораемого остатка.

Изложенные в настоящем стандарте методы различаются между собой по способу озоления зерна:

- основной метод без применения ускорителей;
- методы с применением ускорителей:
 - 1) со спиртовым раствором уксуснокислого магния,
 - 2) с азотной кислотой;
- метод при высоких температурах печи.

Проведение испытания

Отбор проб - по ГОСТ 13586.3.

Из средней пробы делителем или вручную выделяют 30-50 г зерна, очищают его от сорной примеси согласно стандарту на анализируемую культуру, оставляя испорченные зерна, и размалывают на лабораторной мельнице.

Размолотое зерно высыпают на стеклянную пластинку и двумя плоскими совками смешивают и разравнивают его, затем придают другим стеклом такого же размера, чтобы размолотое зерно распределилось ровным слоем толщиной 3-4 мм.

Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест две навески массой 2-2,5 г каждая в два предварительно прокалённых до постоянной массы и охлаждённых в эксикаторе тигля.

Для пересчета на сухое вещество определяют влажность размолотого зерна по ГОСТ 13586.5.

Подготовка тиглей к испытанию

После проведения анализа тигли очищают кистью, а затем, при необходимости (осадок на стенках тигля), промывают водопроводной водой и/или кипятят в водопроводной воде в течение 15 мин, после чего тигли промывают

дистиллированной водой и прокаливают в муфельной печи при температуре 900°C до постоянного веса тигля.

Метод озоления зерна без применения ускорителей (основной метод)

Взвешивают на весах тигли с навесками, после чего рассчитывают точную массу навески m_n , г, по формуле $m_n = m_{тн} - m_t$,

Взвешенные на весах тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой от 400°C до 500°C (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов озоления. После прекращения выделения продуктов озоления тигли задвигают в муфель и закрывают дверцу, затем муфель нагревают от 600°C до 900°C (ярко-красное каление).

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым, после чего тигли переносят в эксикатор для охлаждения при температуре окружающей среды.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают на весах, затем вторично прокаливают не менее 20 мин в муфельной печи при температуре от 600°C до 900°C. Озоление считают законченным, если масса тиглей с золой после повторного взвешивания изменилась не более чем на 0,0002 г. Если масса тиглей с золой уменьшилась более чем на 0,0002 г, прокаливание повторяют еще раз. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания выбирают меньшее значение массы.

Зольность зерна % определяют $X = m_z / m_n \cdot 100\%$

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05%.

Округление результатов испытаний проводят следующим образом: если первая отбрасываемая цифра меньше пяти, то последнюю сохраняемую цифру

не меняют; если же первая отбрасываемая цифра больше или равна пяти, то последнюю сохраняемую цифру увеличивают на единицу.

Результаты определения зольности проставляют в товаросопроводительных документах с точностью до второго десятичного знака.

Контрольные определения зольности проводят методом озоления без применения ускорителя.

При контрольных определениях зольности допускаемое расхождение между контрольным и первоначальным определениями (среднеарифметическим значением результатов двух параллельных определений) не должно превышать 0,1%.

При контрольном определении за окончательный результат испытания принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального определений не превышает допускаемого значения. Если расхождение превышает допускаемое значение, то за окончательный результат испытания принимают результат контрольного определения.

Контрольные задания

1. В чём сущность методов определения зольности?
2. Как происходит подготовка тиглей и пробы к озолению?
3. По какой формуле производят расчёт озоления?

ТЕМА 13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОВАРЕННОЙ СОЛИ В МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

ГОСТ 3627-81 МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ Методы определения хлористого натрия

Настоящий стандарт распространяется на сыр и сырные продукты, брынзу, соленые творожные продукты, сливочное масло и масляную пасту и устанавливает методы определения массовой доли хлористого натрия (поваренной соли).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СЫРАХ, БРЫНЗЕ И СОЛЕННЫХ ТВОРОЖНЫХ ИЗДЕЛИЯХ МЕТОДОМ С АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления не более 0,001 г; колба коническая вместимостью 250 см³; пипетки вместимостью 25 см³; цилиндры вместимостью 10, 25 и 100 см³; бюретки; плитка электрическая; шкаф вытяжной; стаканчики для взвешивания (бюксы); бумага фильтровальная; подставки сетчатые; терка; ступка фарфоровая; серебро азотнокислородное 0,1 моль/дм³, калий роданистый 0,1 моль/дм³ или аммоний роданистый 0,1 моль/дм³, квасцы железосодержащие насыщенный раствор с добавлением азотной кислоты до появления коричневой окраски; кислота азотная; калий марганцовокислый насыщенный раствор (примерно 75 г/дм³; кислота щавелевая 100г/дм³ или глюкоза; вода дистиллированная; секундомер.

Подготовка к анализу

С сычужного сыра срезают поверхностный слой толщиной до 10 мм, в случае бескоркового - до 2 мм. Рассольный сыр при необходимости помещают на сетчатую подставку или фильтровальную бумагу, покрывают крышкой и выдерживают в зависимости от вида сыра 2-4 ч при температуре (20±5) °С.

Пробу протирают через терку, помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают. Плавленый сыр при необходимости протирают через терку, помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают. Пробы соленых творожных изделий растирают в ступке до получения однородной консистенции.

Проведение анализа

На часовом стекле или в бюксе взвешивают от 1,8 до 2,2 г сыра, брынзы или соленых творожных изделий с погрешностью не более 0,001 г и переносят в коническую колбу. В колбу пипеткой добавляют 25 см³ раствора азотнокислого

серебра, затем при помощи градуированного цилиндра приливают 25 см³ азотной кислоты и тщательно перемешивают. Смесь нагревают в вытяжном шкафу до кипения, добавляют 10 см³ раствора марганцовокислого калия и поддерживают реагирующую смесь в слабокипящем состоянии. Если реагирующая смесь изменяет окраску от темно-коричневой до светло-желтой или бесцветной, то добавляют еще раствор марганцовокислого калия в объеме от 5 до 10 см³. Наличие излишнего количества марганцовокислого калия (коричневая окраска смеси) показывает, что произошло полное разложение органического вещества. Удаляют избыточное количество марганцовокислого калия, добавляя щавелевую кислоту или глюкозу до исчезновения коричневой окраски.

Затем в колбу со смесью приливают 100 см³ дистиллированной воды и 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов и тщательно перемешивают.

Избыточное количество азотнокислого серебра титруют раствором роданистого калия или аммония до тех пор, пока не появится окраска красно-коричневого цвета, не исчезающая в течение 30 с. Параллельно проводят контрольный опыт при использовании 2 см³ дистиллированной воды вместо 2 г сыра, брынзы или солёных творожных изделий.

Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в сыре, брынзе или соленых творожных

изделиях X , %, вычисляют по формуле
$$X = \frac{5,85 \cdot C \cdot (V_o - V_1)}{m}$$

где 5,85 - коэффициент для выражения результатов в виде процентного содержания хлористого натрия;

C - молярная концентрация титрованного раствора роданистого калия или роданистого аммония моль/дм³ ;

V_o - объем раствора роданистого калия, использованный в контрольной пробе, см³;

V_1 - объем раствора роданистого калия, использованный при анализе

продукта, см³; m- масса навески продукта, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,07%.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СОЛЁНЫХ ТВОРОЖНЫХ ИЗДЕЛИЯХ МЕТОДОМ С АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ БЕЗ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ОЗОЛЕНИЯ

Аппаратура, материалы, реактивы:

стаканы химические ; бюретка; тигель фарфоровый; воронки стеклянные ; колба коническая; колба мерная вместимостью 100 см³; капельница лабораторная стеклянная; плитка электрическая; фильтры бумажные; палочки стеклянные; серебро азотнокислое ; калий хромовокислый K₂CrO₄ 100 г/дм³; натрий хлористый 10 г/дм³; кислота азотная 100 г/дм³; вода дистиллированная ; весы лабораторные наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления не более 0,001 г; термометр ртутный стеклянный лабораторный; цилиндры вместимостью 50 см³ ; пипетки вместимостью 50 см³.

Подготовка к анализу

Приготовление раствора азотнокислого серебра

Раствор готовят следующим образом:

2,906 г азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, переносят небольшими порциями в мерную колбу вместимостью 100 см³ , заполняют колбу дистиллированной водой приблизительно до 2/3 объема, вращением колбы перемешивают её содержимое до полного растворения реактива, доливают колбу дистиллированной водой до метки и вновь тщательно перемешивают. Титр раствора уточняют по хлористому натрию. 1 см³ раствора должен соответствовать 0,01 г хлористого натрия.

Проведение анализа

5 г продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан с носиком, вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ дистиллированной воды,

нагретой до 90 °С. Продукт хорошо растирают стеклянной палочкой и содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ посредством дистиллированной воды, нагретой до 70-80 °С.

Мерную колбу с содержимым охлаждают до 20 °С, доливают дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в чистую, сухую колбу. Если фильтрат получается мутный, его переливают обратно в мерную колбу и фильтрование повторяют. В коническую колбу пипеткой приливают 50 см³ фильтрата, прибавляют 5-8 капель раствора хромовокислого калия и фильтрат титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном взбалтывании до появления слабого кирпично-красного окрашивания, не исчезающего при взбалтывании и измельчении палочкой крупных частиц осадка.

Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в соленых творожных изделиях X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 100}{m \cdot 50}$$
, где V- объем раствора азотнокислого серебра, 1 см³ которого соответствует точно 0,01 г хлористого натрия, израсходованный на титрование 50 см³ фильтрата, см³; m - масса навески продукта, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

Контрольные задания

1. В чём сущность методов определения поваренной соли в молочных продуктах?
2. Как приготовить 100 мл 0,1 н раствор нитрата серебра?
3. По какой формуле производят расчёт количества поваренной соли в молочных продуктах?

ТЕМА 14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В МОЛОКЕ И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

ГОСТ Р 55331-2012 МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Титриметрический метод определения содержания кальция

Сущность метода

Метод основан на осаждении кальция оксалатом аммония в фильтрате, полученном после осаждения белков молока трихлоруксусной кислотой, с последующим титриметрическим определением массовой доли кальция.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы, Часы, Термометр, Баня водяная, Центрифуга, Бюретки, Колбы мерные. Пипетки, Пробирки, Цилиндры мерные, Колбы, Стаканы, Воронки, Устройство отсасывающее - баллон (груша), соединенный с пипеткой.

Бумага фильтровальная обеззоленная, Палочки стеклянные оплавленные.

Аммиак водный.

Аммоний щавелевокислый 1-водный, насыщенный раствор, охлажденный.

Калий марганцовокислый стандарт-титр для приготовления раствора молярной концентрации $= 0,02$ моль/дм³.

Кислота серная

Кислота трихлоруксусная, растворы массовой концентрации 120 и 200 г/дм³

Кислота уксусная раствор объемной долей 20%.

Метиловый красный, спиртовой раствор массовой концентрации 0,5 г/дм³.

Вода дистиллированная

Спирт этиловый объемной долей 96%.

Подготовка к выполнению измерений

Подготовка проб для анализа

Анализируемую пробу продукта переносят в стакан вместимостью 500 см³, нагревают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ и аккуратно перемешивают. Если молоко

негомогенизированное, пробу медленно нагревают до температуры $(40\pm 2)^{\circ}\text{C}$, аккуратно перемешивают и охлаждают до температуры $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$.

Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 200 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см помещают $(20,00\pm 0,01)$ г трихлоруксусной кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора при температуре $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$ в бутылки из темного стекла - не более 1 мес.

Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 120 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см помещают $(12,00\pm 0,01)$ г трихлоруксусной кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора при температуре $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$ в бутылки из темного стекла - не более 1 мес.

Приготовление насыщенного раствора аммония щавелевокислого

Раствор готовят непосредственно перед проведением измерения. В коническую колбу вместимостью 250 см помещают $(34,60\pm 0,01)$ г щавелевокислого аммония, добавляют 100 см кипящей дистиллированной воды и аккуратно перемешивают. Раствор охлаждают до температуры $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$.

Приготовление спиртового раствора метилового красного массовой концентрации $0,5\text{ г/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью 100 см помещают $(0,050\pm 0,001)$ г метилового красного, растворяют в небольшом количестве этилового спирта (96% по объему). Объем раствора доводят этиловым спиртом до метки. Срок хранения раствора при температуре $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$ в темном месте в склянке из темного стекла - не более 3 мес.

Приготовление раствора уксусной кислоты объемной долей 20%

В мерную колбу вместимостью 100 см помещают 20 см³ концентрированной уксусной кислоты. Растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора при температуре (20±5)°C - не более 3 мес.

Приготовление раствора аммиака (I)

Смешивают объемы раствора аммиака массовой долей 25% и дистиллированной воды в соотношении 1:1. Срок хранения раствора при температуре (20±5)°C - не более 3 мес.

Приготовление раствора аммиака (II)

В мерную колбу вместимостью 100 см помещают 2 см раствора аммиака массовой долей 25%. Растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора при температуре (20±5)°C - не более 3 мес.

Приготовление раствора серной кислоты

Мерным цилиндром отмеривают 20 см концентрированной серной кислоты и осторожно, небольшими порциями, приливают к 80 см² дистиллированной воды. После охлаждения раствор тщательно перемешивают. Срок хранения раствора при температуре (20±5)°C в темном месте в склянке из темного стекла - не более 3 мес.

Приготовление раствора калия марганцовокислого молярной концентрации $c(KMnO_4)=0,02$ моль/дм³

Раствор готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему методике.

Следует избегать соприкосновения раствора марганцовокислого калия с резиновыми трубками или пробками. Срок хранения раствора при температуре (20±5)°C в темном месте в склянке из темного стекла с пришлифованной пробкой - не более 1 мес.

Проведение измерений

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают (20,00±0,01) г анализируемого продукта. Постепенно добавляют раствор трихлоруксусной кислоты массовой

концентрации 200 г/дм^3 , постоянно помешивая и доводя объем раствора до метки. Сильно встряхивают несколько секунд и оставляют при комнатной температуре на (30 ± 1) мин. Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, фильтрат должен быть прозрачным.

В центрифужную пробирку помещают 5 см фильтрата, приливают 5 см^3 раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 120 г/дм^3 , 2 см^3 насыщенного раствора щавелевокислого аммония, 2 капли спиртового раствора метилового красного и 2 см^3 раствора уксусной кислоты. Смесь тщательно перемешивают аккуратным встряхиванием.

В раствор постепенно каплями добавляют раствор аммиака (I) до появления светло-желтого окрашивания. Затем добавляют несколько капель раствора уксусной кислоты до появления розового окрашивания и оставляют раствор на 4 ч при комнатной температуре.

В раствор добавляют 20 см^3 дистиллированной воды и центрифугируют при 1400 об./мин в течение 10 мин. Прозрачную надосадочную жидкость удаляют пипеткой, соединенной с грушей. Стараясь не задеть осадок кальция щавелевокислого, ополаскивают стенки центрифужной пробирки 5 см раствора аммиака (II). Центрифугируют при 1400 об./мин в течение 5 мин и также удаляют надосадочную жидкость. Эту процедуру проводят дважды.

В пробирку с осадком щавелевокислого кальция добавляют 2 см^2 раствора серной кислоты и 5 см^3 дистиллированной воды. Пробирку помещают в кипящую водяную баню. Когда осадок щавелевокислого кальция полностью растворится, проводят титрование раствором калия марганцовокислого молярной концентрации $0,02 \text{ моль/дм}^3$ до появления розового окрашивания. При титровании температура раствора должна оставаться около $(58 \pm 2)^\circ\text{C}$. Объем раствора калия марганцовокислого, пошедшего на титрование, записывают с точностью до $0,01 \text{ см}^3$.

Контрольная проба

Параллельно проводят контрольный опыт, используя вместо анализируемой пробы 20 см³ дистиллированной воды.

Обработка результатов измерения

Массовую долю кальция в продукте X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,004(V - V_0) \cdot f}{m}$$

где 0,004 - количество кальция, соответствующее 1 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,02 моль/дм³, г/см³;

V- объем раствора калия марганцовокислого молярной концентрации 0,02 моль/дм³, пошедшего на титрование анализируемой пробы продукта, см³;

V₀- объем раствора калия марганцовокислого молярной концентрации 0,02 моль/дм³, пошедшего на титрование контрольной пробы, см³;

f- поправочный коэффициент на объем осадка, полученного при осаждении трихлоруксусной кислоты (таблица 1);

m - масса анализируемой пробы продукта, г;

100 - коэффициент перевода полученного значения в проценты.

Поправочный коэффициент на объем осадка, полученного при осаждении трихлоруксусной кислоты, представлен в таблице 9.

Таблица 9

Массовая доля жира в продукте, %	Поправочный коэффициент f
Менее 0,1	0,989
От 0,1 до 1,4 включ.	0,985
От 1,5 до 2,4 включ.	0,980
От 2,5 до 3,4 включ.	0,976
От 3,5 до 6,0 включ.	0,972

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака.

Контроль точности результатов измерений

Метрологические характеристики метода определения массовой

доли кальция

Приписанные характеристики погрешности и её составляющих метода определения содержания кальция при $P=0,95$ приведены в таблице 10.

Таблица 10

Диапазон измерений массовой доли кальция, %	Предел повторяемости r , %	Предел воспроизводимости R , %	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, %
0,100-1,500	0,003	0,007	0,005

Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли кальция в анализируемой пробе продукта, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n=2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$|X_1 - X_2| \leq r$, где X_1 и X_2 - значения результатов двух параллельных определений массовой доли кальция в анализируемом продукте, полученные в условиях повторяемости, r - предел повторяемости (сходимости), значение которого приводится в таблицах.

Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли кальция в анализируемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m=2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725- 6-2002

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$X_1 - X_2 \leq R$, где X_1 и X_2 - значения результатов двух определений массовой доли кальция в анализируемой пробе продукта, полученные в двух лабораториях

в условиях воспроизводимости, %. R - предел воспроизводимости, значение которого приводится в таблицах.

Оформление результатов измерений

Результат определения массовой доли кальция в анализируемой пробе продукта представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X = X_{\text{ср}} \pm \Delta,$$

где $X_{\text{ср}}$ - среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ - границы абсолютной погрешности, % значения которых приведены в таблицах.

Контрольные задания

1. В чём сущность методов определения кальция в молочных продуктах?
2. Как приготовить 0,02 н раствор перманганата калия из стандарт-титра?
3. Как приготовить трихлоруксусную кислоту массовой концентрацией 200 и 120 г/дм³?
4. По какой формуле производят расчёт содержания кальция в молочных продуктах?
5. Как осуществляется контроль точности результатов измерений и оформляются результаты измерений?

Список ГОСТов:

1. ГОСТ ISO 750-2013 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения титруемой кислотности.
2. ГОСТ 3624-92 МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ Титриметрические методы определения кислотности
3. ГОСТ 5670-96 ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ Методы определения кислотности
4. ГОСТ 31933-2012 МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ Методы определения кислотного числа и кислотности

5. ГОСТ 24556-89 ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ Методы определения витамина С
6. ГОСТ 30627.2-98 ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ Методы измерений массовой доли витамина С (аскорбиновой кислоты)
7. ГОСТ Р 51487-99 МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ Метод определения перекисного числа
8. ГОСТ 5480-59 МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ Методы определения мыла
9. ГОСТ Р 54668-2011 МОЛОКО И ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества
10. ГОСТ 28561-90 ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ Методы определения сухих веществ или влаги
11. ГОСТ 10847-2019 Зерно. Методы определения зольности
12. ГОСТ Р 55331-2012 МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ Титриметрический метод определения содержания кальция
13. ГОСТ 3627-81 МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ Методы определения хлористого натрия