

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ –  
МСХА имени К.А. ТИМИРЯЗЕВА

Н.И. Дунченко, Е.С. Волошина, С.В. Купцова, К.В. Михайлова

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ  
ИССЛЕДОВАНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ  
КАЧЕСТВА  
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ  
И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ**

*Практикум*

Москва  
2020

УДК 631.155:658.56:637.072  
ББК 36.92 – 823.2  
Д836

*Рецензент – Игонина И.Н.*

*Кандидат технических наук, руководитель департамента технического регулирования ФГНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии»*

Д836 **Дунченко, Н.И.** Современные методы исследования сельскохозяйственного сырья и продовольствия: практикум / Н.И. Дунченко, Е.С. Волшина, С.В. Купцова, К.В. Михайлова – Москва : Франтера, 2020. – 78 с.

**ISBN 978-5-94009-171-4**

Издание содержит практикум, предназначенные для выполнения лабораторных и практических работ по оценке показателей качества сельскохозяйственного сырья продовольственного назначения. Содержит информацию об современных инструментальных методах контроля качества пищевых продуктов и сельскохозяйственного сырья.

Предназначено для студентов, обучающихся по направлению 35.03.07 «Технология производства и переработки с-х. продукции», 19.03.03 Продукты питания животного происхождения 38.03.07. «Товароведение».

Рекомендовано к изданию методической комиссией технологического факультета (протокол №4 от 23.01.2018)

УДК 631.155:658.56:637.072  
ББК 36.92 – 823.2

**ISBN 978-5-94009-171-4**

© Дунченко Н.И., Волошина Е.С.,  
С.В. Купцова, К.В. Михайлова 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Введение</b>	4
<b>Лабораторная работа № 1.</b> Общие сведения о работе в лаборатории анализа пищевых продуктов	5
<b>Лабораторная работа № 2.</b> Оценка степени достоверности результатов количественного анализа	15
<b>Лабораторная работа № 3.</b> Методы определения массовой доли влаги пищевых продуктов и сырья для их производств	25
<b>Лабораторная работа № 4.</b> Методы определения массовой доли белка в пищевых продуктах	33
<b>Лабораторная работа № 5.</b> Определение показателей качества пищевых продуктов с помощью инфракрасного анализатора ИНФРАСКАН-3150	40
<b>Лабораторная работа № 6.</b> Определение показателей качества молока с помощью прибора «Лактан 1-4»	44
<b>Лабораторная работа № 7.</b> Определение содержания сухих веществ в пищевых продуктах методом рефрактометрии	50
<b>Лабораторная работа №8.</b> Методы и приборы для измерения структурно-механических свойств пищевых продуктов	58
<b>Лабораторная работа № 9.</b> Приборы и методы определения активной кислотности (рН) продовольственных товаров	68
<b>Приложения</b>	75

## Введение

Область профессиональной деятельности бакалавров включает знание о методиках проведения исследования показателей качества с/х сырья и продовольствия, основы работы в испытательной лаборатории с использованием современного лабораторного оборудования, навыки оценки показателей качества сельскохозяйственного сырья.

При изучении дисциплин «Современные методы исследования показателей качества сельскохозяйственного сырья и продовольствия», «Физико-химические методы контроля пищевых продуктов» и «Инструментальные методы анализа продовольственных товаров» студенты проводят лабораторные занятия, на которых изучаются вопросы, связанные с инструментальными методами анализа и контроля качества пищевых продуктов и сельскохозяйственного сырья, включая методики выполнения измерений и нормативное обеспечение исследований и практическое использование оборудования лаборатории пищевых продуктов кафедры «Управление качеством и товароведение продукции».

При проведении практических занятий студенты знакомятся с теорией, изучают нормативную документацию, отвечают на контрольные вопросы, и проводят лабораторные испытания предоставленных образцов пищевой продукции и сырья для их производств. Результаты работы оформляются в тетради.

## **ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА №1**

### **Общие сведения о работе в лаборатории анализа пищевых продуктов**

#### **1.1. Цель работы:**

1. Знакомство с лабораторией пищевых продуктов, техника безопасности в лаборатории.
2. Изучить реактивы и химическую посуду, ее виды, особенности применения при анализе пищевых продуктов и сырья для их производств.
3. Изучить работу лабораторного оборудования (весы, центрифуга, магнитная мешалка, термометр).

**1.2. Материальное обеспечение работы:** пробирки простые и градуированные, пробирки центрифужные, мерные колбы различных объемов, мензурки, химические стаканы, конические колбы, мерные колбы различного объема, пипетки, бюретки, образцы химических реактивов в промышленной таре; магнитная мешалка, весы лабораторные, термометр, центрифуга.

#### **1.3. Общие теоретические данные**

##### **Химические реактивы, применяемые при анализе пищевых продуктов и их виды**

В лабораториях при анализах применяют химические вещества разной степени чистоты. Согласно ГОСТ 13867 «Продукты химические. Обозначения чистоты» все выпускаемые промышленностью химические продукты подразделяют на 4 группы:

- сырые продукты природного происхождения и полуфабрикаты с большим количеством примесей;
- технические продукты с относительно небольшим содержанием примесей;
- реактивы для аналитических, препаративных и иных лабораторных работ;

- продукты особой чистоты, качество которых значительно выше качества химических реактивов.

Для химических анализов в пищевой промышленности в основном используют реактивы, которые в зависимости от содержания основного вещества и допустимых примесей выпускаются следующей квалификации:

**чистый (ч.)** – низшая квалификация реактива,

**чистый для анализа (ч.д.а.)** – характеризует аналитическое применение препарата;

**химически чистый (х.ч.)** – высшая степень чистоты реактива;

**вещества особой чистоты (ос.ч.)** используют для определения микроколичеств веществ.

Реактивы, поступающие в лабораторию, должны быть снабжены этикетками, на которых указаны наименование, степень чистоты и срок хранения (если необходимо).

Для реактива каждой квалификации этикетка на таре имеет определённый цвет (или на этикетку нанесена цветная полоса): зелёный – для квалификации «ч.», синий – для «ч.д.а.», красный – для «х.ч.», жёлтый – для «ос.ч.» и светло-коричневый – для прочих реактивов.

Реактивы хранят в закрытых ёмкостях во избежание загрязнения как самих реактивов, так и воздуха в лаборатории. Концентрированные растворы кислот и аммиака хранят в склянках с притёртыми пробками, на которые сверху надевают колпачок или химический стакан. Все реактивы, изменяющиеся под действием света, например йодистый калий, перманганат калия, хранят в банках из темного стекла. Излишки реактива хранят отдельно, не пересыпая в общую ёмкость.

### **Химическая посуда, ее виды и особенности применения при анализе пищевых продуктов и сырья для их производств**

В химических лабораториях пользуются посудой из специального химико-лабораторного стекла, кварцевого стекла или фарфора.

Кварцевое стекло более стойкое к действию высоких температур и температурным перепадам, так как коэффициент теплового расширения прозрачного кварца примерно в 15 раз меньше коэффициента расширения обычного химико-лабораторного стекла. Кварцевое стекло обладает также наивысшей по сравнению с другими стеклами химической стойкостью по отношению к воде и кислым агрессивным средам. Поэтому посуду из прозрачного кварцевого стекла используют для работы с кислыми и нейтральными веществами при температурах до 1000 °С. Из прозрачного кварцевого стекла изготавливают тигли, чаши, стаканы, колбы, пробирки и др. Кварцевое стекло более хрупко, чем обычное, и его надо оберегать от удара.

Посуда из фарфора механически прочна и термостойка. Коэффициент линейного расширения фарфора примерно такой же, как стекла пирекс. Тем не менее, изделия из фарфора нужно разогревать постепенно, разогретый сосуд не следует брать холодными щипцами или ставить на холодную подставку, иначе фарфор даст трещину или расколется.

По назначению посуда делится на:

**1. Посуда общего назначения**, которая всегда должна быть в лаборатории и без которой невозможно провести большинство работ (пробирки, воронки, стаканы, конические колбы, плоскодонные колбы)

**2. Посуда специального назначения**, которая используется для конкретных манипуляций (дефлегматоры, холодильники, насадки, круглодонные колбы)

**3. Мерная посуда**, необходимая для измерения объема жидкости

Применяемая в методах анализа пищевых продуктов посуда для измерения объема, может быть разделена на две группы:

для неточного измерения - градуированная пробирка, мерный цилиндр, мензурки, стакан или коническая колба, не используемая для измерения объема.

для точного измерения – мерная колба, пипетка, бюретка.

**Простые пробирки** – представляют собой узкие цилиндрической формы сосуды с закругленным дном (рис 1а), **градуированная пробирка** – простая пробирка с градуировочной шкалой (рис 1б). Они бывают различной величины и диаметра. **Конические центрифужные** (рис 1в) пробирки применяют для центрифугирования растворов. Основное правило заполнения центрифужных пробирок заключается в том, чтобы после наполнения жидкостью они имели одинаковую массу или объем. В центрифугу устанавливать строго друг против друга, никогда не закрывая пробками.

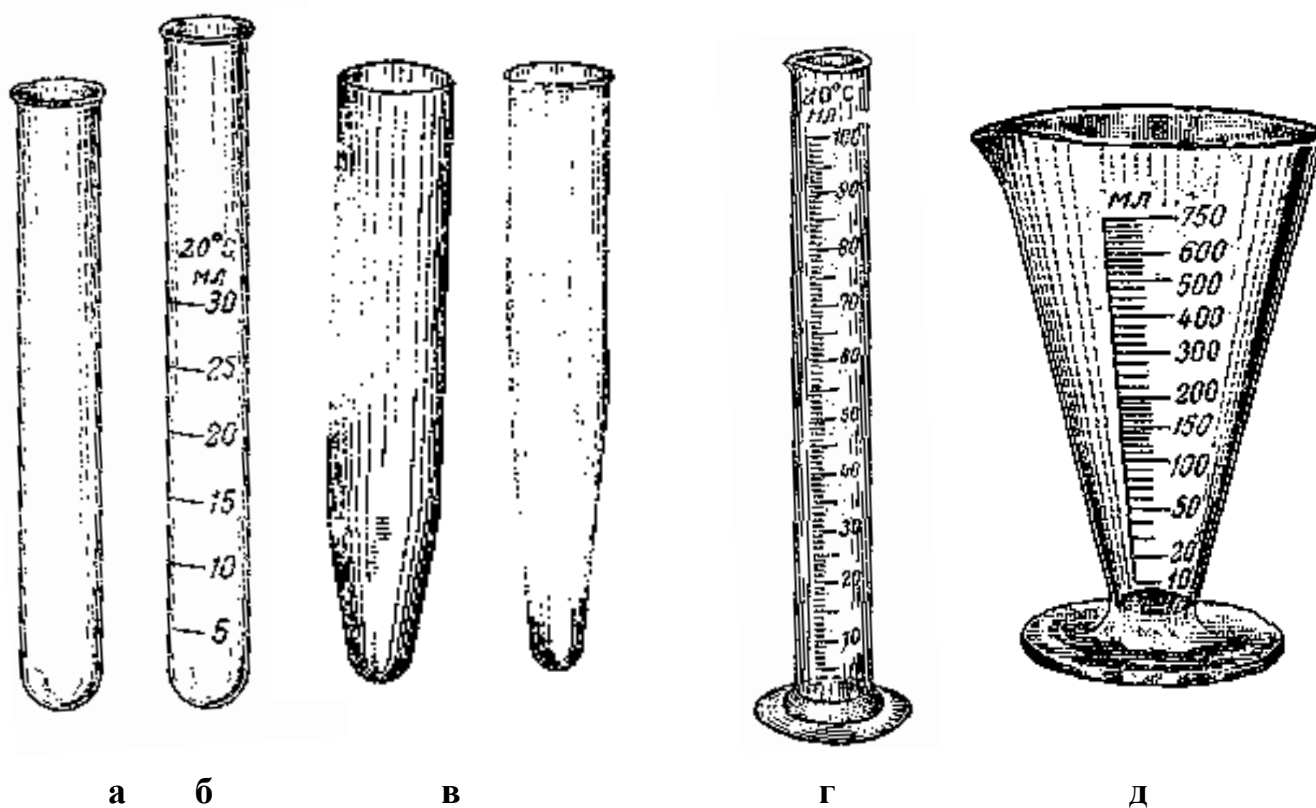


Рис. 1. Посуда для неточного определения объема

**Мерные цилиндры** (рис 1г) – стеклянные толстостенные сосуды с нанесенными по наружной стенке делениями, указывающие объем в мл. Они бывают самой разнообразной емкости от 5-10мл до 1л и больше. Кроме цилиндров, для той же цели употребляют **мензурки** (рис 1д). Это сосуды конической



формы, на стенках которых имеются деления. Они применяются для отстаивания мутных жидкостей, когда осадок собирается в нижней части мензурки.

**Химические стаканы** представляют собой тонкостенные цилиндры различной емкости. Они бывают двух видов: с носиками и без носиков.

**Конические колбы Эрленмейера** (колба названа по имени немецкого химика Эмиля Эрленмейера, который создал её в 1861 г.) находят широкое применение при аналитических работах в частности, в конические колбы обычно наливают титруемый раствор. Они бывают различной емкости, с носиками и без носиков, узкогорлые и широкогорлые (рис 2). Конические колбы, снабженные притертой пробкой, называют «колбами для определения йодного числа». Их применяют также при титрованиях по методу йодометрии.



Рис. 2. Конические колбы

**Мерные колбы** (рис 3) служат для приготовления и измерения объемов растворов определенной концентрации. Они представляют собой плоскодонные грушевидной формы стеклянные сосуды с длинным узким горлом с кольцевой меткой. Мерные колбы бывают различной емкости от 25 до 2000 мл. Мерными колбами пользуются для приготовления растворов известных концентраций. Требуемое для этого количество вещества отвешивают или отмеряют, переносят в мерную колбу, растворяют в воде и разбавляют водой до метки. Колбу держат на такой высоте, чтобы передняя и задняя части метки сливались перед глазами в одну линию, и чтобы этой линии касалась нижняя часть мениска.

**Пипетки** служат для точного отмеривания небольших объемов растворов и перенесения определенного объема раствора из одного сосуда в другой. Объем жидкости, вмещаемой пипеткой, выражают в миллилитрах. Пипетки бывают обычные (пипетки Мора) (рис. 4а), которые представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с расширением посередине. Пипетки бывают емкостью от 1 до 100 мл, в верхней части их имеется метка, до которой набирают жидкости. Широко применяются также градуированные пипетки различной емкости (рис 4б). ГОСТ 29169-91 определяет допустимые погрешности пипеток.

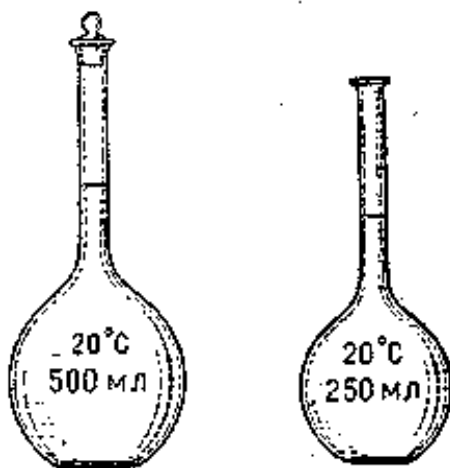


Рис. 3. Мерные колбы

**Бюретки** применяют при титровании для измерения точных объемов. Объемные бюретки представляют собой узкие, градуированные по длине цилиндрические стеклянные трубки. Один конец бюретки сужен и снабжен стеклянным краном (рис. 4в) или резиновой трубкой, соединенной с капилляром, через который из бюретки выливается раствор. Резиновая трубка зажимается снаружи металлическим зажимом (рис. 4г) или закрывается изнутри стеклянным шариком (рис. 4д). При надавливании на зажим указательным и большим пальцами или при оттягивании резиновой трубки в том месте, где помещается шарик, из бюретки выливается жидкость. Обычно бюретки градуируют на миллилитры и доли миллилитра.

Для отсчета объемов растворов, расходуемых на титрование, на бюретке нанесены деления и цифры. Нулевое деление помещено в верхней части бюретки.

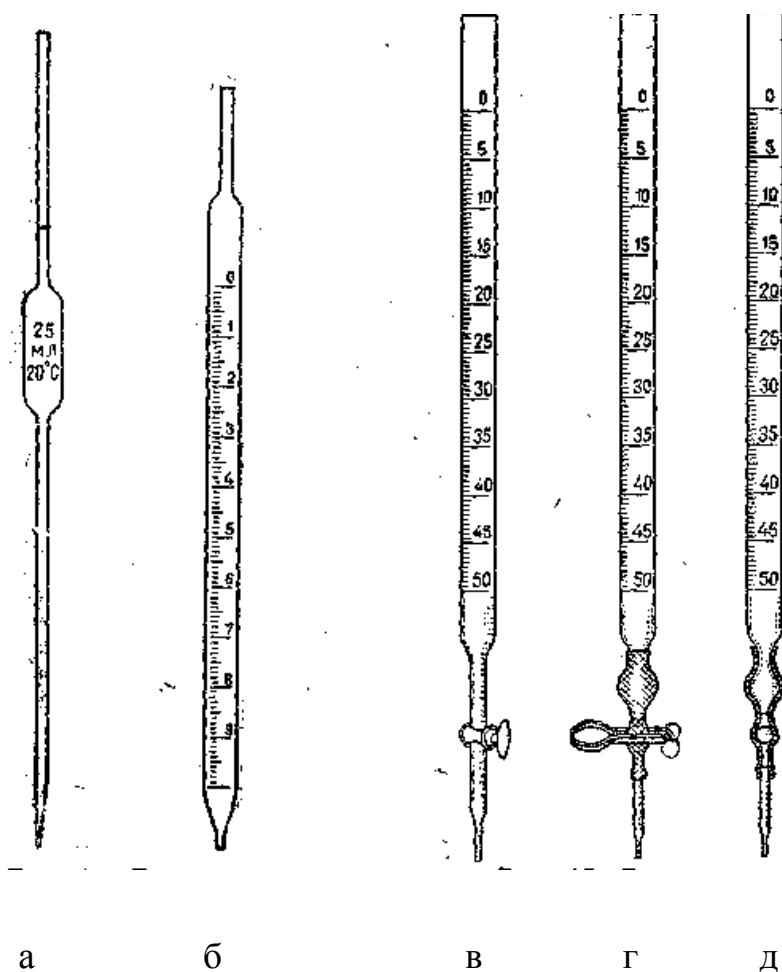


Рис. 4. Пипетки и бюретки

**Воронки** бывают различных размеров, по назначению делятся на обычные и для фильтрования (длинный конец, угол 60 градусов).

**Промывалки** (рис.5) используют для промывания осадков дистиллированной водой или каким-либо раствором, для смывания осадков со стенок сосудов.

**Термометры** – приборы для измерения температуры. Бывают ртутные, спиртовые и цифровые.

**Газовые горелки** служат для нагрева, бывают разной мощности нагрева.

**Металлическое оборудование** – штативы с набором держателей (лапок), колец и муфт. Служат для закрепления на них посуды и различных приборов.

**Электрическая сушилка** - применяют для высушивания мытой посуды (колбы, стаканы и пр)

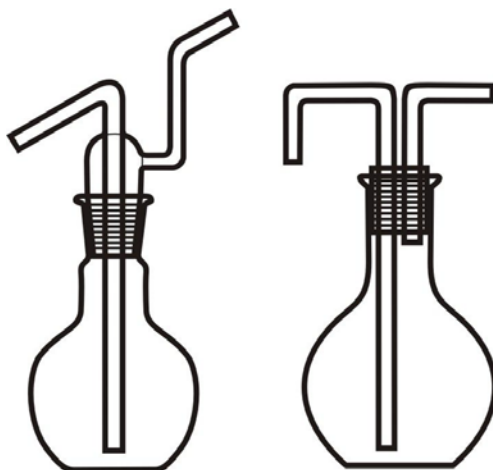


Рис. 5. Промывалки

### **Основное оборудование для лаборатории**

**Центрифуга** – устройство для разделения сыпучих тел или жидкостей различного веса и отделения жидкостей от твердых тел путем использования центробежной силы.

**Весы:** технические с точностью до 2 цифр после запятой и аналитические с точностью до 4-5 знаков после запятой

**Мешалка магнитная** – это лабораторное оборудование, предназначенное для следующих видов работ с химическими реактивами (в том числе вязкими): смешивания, диспергирования, циркуляции, придания однородности, титрования, проведения химических реакций, температурной обработки химического реактива. Представляют собой платформу на которую устанавливается колба и магнитного якоря, который помещается внутрь сосуда.

#### 1.4. Порядок выполнения работы

**Задание 1.** Совместно с преподавателем изучить технику безопасности нахождения в лаборатории анализа сырья и пищевых продуктов. Отметить прохождение инструктажа по технике безопасности в соответствующем журнале.

**Задание 2.** Самостоятельно изучить химическую посуду специального назначения – делительные воронки, кристаллизаторы, холодильники и их виды, дефлегматоры, круглодонные колбы и их виды, колба Вюрца, аллонжи, эксикаторы, бюксы, капельницы, тигли. По результатам работы заполнить таблицу 1.

*Таблица 1*

Форма оформления отчета по работе

№	Наименование вида посуды	Назначение	Схематический рисунок
1			

**Задание 3.** Ознакомиться с работой лабораторного оборудования: аналитические и технические весы, термометры, магнитная мешалка, центрифуга. Провести оценку кислотности муки по водно-мучной суспензии.

**Ход анализа.** Взвешивают на технических весах 5 г муки с точностью до  $\pm 0.01$ г и переносят ее в сухую коническую колбу вместимостью 100-150см<sup>3</sup>, в которую затем наливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Содержимое колбы немедленно перемешивают с помощью магнитной мешалки до исчезновения комочков муки. Приставшие к стенкам частицы муки смывают из промывалки. Затем добавляют 5 капель 1%-го раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия или калия до получения ярко-розового окрашивания, не исчезающего при спокойном стоянии колбы в течение 1 мин. Из двух параллельных результатов берут средний. Результаты выражают в градусах кислотности.

$$K = V * \frac{100}{m*10} = \frac{10V}{m}$$

где V – количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование, см<sup>3</sup>;

m – навеска муки, г; m =5 г

Расхождение между параллельными определениями не должны превышать 0,20 .

### **1.5. Отчет о работе**

Отчет о работе должен содержать:

- название работы,
- цель работы,
- заключение в виде заполненной таблицы 1 и результатов оценки кислотности муки.

### **1.6. Контрольный вопросы**

1. В чем преимущество фарфоровой химической посуды?
2. Для каких целей используют посуду из прозрачного кварцевого стекла?
3. Какими цветами маркируют реактивы различной степени чистоты?
4. Назовите основные правила хранения химических реактивов.
5. Какая химическая посуда относится к посуде специального назначения?
6. Для чего используют плоскодонные колбы?
7. Назовите главное правило расположения пробирок в центрифуге.
8. Кто допускается до работы в лаборатории?
9. Для чего применяются бюретки?
10. В чем отличие технических и аналитических весов?
11. Как маркируются лабораторные реактивы разных концентраций?

## **ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 2**

### **Оценка степени достоверности результатов количественного анализа**

#### **1.1. Цель работы:**

1. Изучить понятия оценки правильности и воспроизводимости результатов
2. Изучить порядок математико-статистической обработки результатов параллельных определений

**1.2. Материальное обеспечение:** ГОСТ Р ИСО 21748-2012 Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений

#### **1.3. Общие теоретические сведения**

Важной составляющей количественного анализа является оценка степени надежности (достоверности) полученного результата. Конечный результат анализа, так же как и любое измерение, выполняемое в ходе анализа, всегда содержит некоторую погрешность, которую необходимо уметь оценить. Ее величина часто является определяющей при принятии каких-либо решений на основании результата анализа.

#### **Погрешности в количественном анализе**

Погрешности по своему характеру делятся на систематические, случайные и промахи, а по способу выражения на абсолютные и относительные.

Систематические погрешности – это погрешности одинаковые по знаку. Они возникают под действием каких-либо постоянных причин и делятся на методические, инструментальные и индивидуальные.

Методические погрешности зависят от особенностей применяемого метода анализа и являются следствием, например, не вполне количественного протекания реакции, частичной растворимости осадка,

гигроскопичности гравиметрической формы и т.д. Методические погрешности трудно устранимы, но могут быть учтены при расчетах.

Инструментальные погрешности зависят от применяемых приборов, весов, мерной посуды и т.д. Они устраняются или учитываются путем калибровки посуды, применения стандартных веществ и образцов и т.д.

Индивидуальные погрешности зависят от индивидуальных особенностей экспериментатора. Они постоянны во всех измерениях.

Случайные погрешности – это неопределенные по величине и знаку погрешности. В их появлении нет какой-либо закономерности.

Результаты анализа одного и того же вещества, полученные на одних и тех же приборах, с использованием одних и тех же реактивов и посуды, одним и тем же экспериментатором, как правило, несколько отличаются друг от друга вследствие случайных погрешностей. Случайные погрешности нельзя измерить. Их влияние на результат анализа оценивается путем обработки результатов параллельных определений с помощью методов математической статистики.

Промахи – это ошибочные результаты, существенно отличающиеся от других результатов ряда параллельных определений. Они могут являться следствием неправильного подсчета разновесов, неправильного отсчета объема раствора по бюретке, потери части раствора или осадка и т.д. Промахи исключаются из результатов серии параллельных определений с помощью специальных приемов.

Абсолютная погрешность  $E_a$  единичного измерения или результата анализа определяется разницей между экспериментальным  $\mathcal{E}$  и истинным или действительным (теоретическим)  $T$  значением определяемой величины:

$$E_a = \mathcal{E} - T$$

и имеет размерность измеряемой величины (г, мл, % и т.д.).

Истинное значение определяемой величины чаще всего неизвестно. Поэтому вместо него используется так называемое действительное значение, которое получают расчетным путем (массовая доля иона или элемента в



веществе определенного состава) или экспериментально (содержание определяемого компонента в стандартном образце).

Относительная погрешность  $E_r$  – это отношение  $|E_a|$  к  $T$ , выраженное в процентах:

$$E_r = \frac{|E_a|}{T} \cdot 100\% = \frac{|\Theta - T|}{T} \cdot 100\% .$$

### **Правильность и воспроизводимость результатов анализа**

Правильность результата измерения или анализа характеризуется его близостью к истинному (действительному) значению определяемой величины. Очевидно, что чем правильнее выполнено измерение или анализ, тем меньше значения  $E_a$  и  $E_r$ .

Воспроизводимость результата измерения или анализа характеризуется близостью друг к другу значений единичных результатов в серии параллельных измерений или определений.

Случайные погрешности влияют на воспроизводимость измерений, анализа или метода анализа. Их влияние на результат анализа уменьшается с увеличением числа параллельных определений, выполняемых в идентичных условиях.

Очевидно, что хорошая воспроизводимость указывает на отсутствие случайных погрешностей, но не является свидетельством правильности анализа. Правильным он будет лишь в отсутствие систематической погрешности.

Критериями воспроизводимости служат отклонения единичных результатов (вариант)  $x_i$  от среднего  $\bar{x}$  ряда вариант (выборки или выборочной совокупности):

$$d_i = |x_i - \bar{x}|,$$

среднее значение единичных отклонений от среднего:

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|,$$

дисперсия  $V (S^2)$ , стандартное отклонение  $S$ , стандартное отклонение среднего  $S_{\bar{x}}$  и относительное стандартное отклонение  $S_r$ . Чем меньше численное значение указанных величин, тем лучше воспроизводимость.

Чаще всего в качестве критериев воспроизводимости используются дисперсия и стандартное отклонение. Дисперсия выборки характеризует рассеяние вариантов (значений определяемой величины  $x_i$ ) относительно среднего значения  $\bar{x}$  и вычисляется по формуле

$$V = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 .$$

Стандартное отклонение выборки – положительное значение корня квадратного из дисперсии

$$S = \sqrt{V} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} .$$

Стандартное отклонение среднего – результат деления  $S$  на  $\sqrt{n}$ :

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} .$$

Стандартное отклонение выборки и стандартное отклонение среднего имеют размерность определяемой величины.

Относительное стандартное отклонение  $S_r$  вычисляется по формуле:

$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} \cdot 100\% .$$

Если объем выборки достаточно большой ( $n > 20$ ), то такую выборочную совокупность можно считать генеральной совокупностью, в которой среднее  $\bar{x}$  и истинное ( $T$  или  $\mu$ ) значения совпадают. В этом случае стандартное отклонение  $\sigma$  вычисляется по формуле:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{n}}$$

В том случае, когда истинное (действительное) значение определяемой величины неизвестно, то, в отсутствие систематической погрешности, правильность оценивается с использованием данных по воспроизводимости.

При этом оценка правильности заключается в нахождении доверительного интервала  $\bar{x} \pm \delta$ , в котором с определенной доверительной вероятностью находится истинное значение определяемой величины.

Для выборки из  $n$  вариантов (ряда из  $n$  значений) полуширина доверительного интервала  $\delta$  вычисляется по формуле:

$$\delta = \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}} = t_{p,f} S_{\bar{x}},$$

где  $t_{p,f}$  – коэффициент Стьюдента, величина которого зависит от доверительной вероятности  $P$  и числа степеней свободы  $f$  (Приложение 1).

### **Математико-статистическая обработка результатов параллельных определений**

Проведя серию аналитических определений того или иного компонента пробы (не менее 5 параллельных определений), прежде всего необходимо выявить те из полученных результатов, которые следует признать грубо ошибочными (промахами). Для этого при объеме выборки  $5 \leq n \leq 10$ , как правило, используют так называемый Q–тест. С этой целью все результаты располагают в порядке возрастания их значений:  $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$ , т.е. представляют в виде упорядоченной выборки. Так как грубо ошибочными могут являться либо наименьшее значение  $x_1$ , либо наибольшее  $x_n$ , либо  $x_1$  и  $x_n$  одновременно, то для первой и последней вариант выборки необходимо рассчитать значения Q-критерия:

$$Q_1 = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1}, \quad Q_n = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1},$$

где  $x_n - x_1$  – размах варьирования.

Полученные значения  $Q$  сравнивают с табличным значением для данного объема выборки при доверительной вероятности 90% (табл.2).

Если  $Q_1$  или  $Q_n$  окажется больше соответствующего табличного значения при данном  $n$ , то соответственно  $x_1$  или  $x_n$  исключается из выборки как грубо ошибочный результат. Для оставшихся  $n-1$  значений повторяют  $Q$ -тест. В том случае, когда и  $Q_1$ , и  $Q_n$  окажутся больше табличного значения, то промахи являются одновременно  $x_1$  и  $x_n$ . После исключения их из выборки повторяют  $Q$ -тест до тех пор, пока не будут отброшены все результаты, полученные с недопустимо большими погрешностями.

Таблица 2

Численные значения  $Q$ -критерия при доверительной вероятности  $P$  и объеме выборки  $n$

P	n							
	3	4	5	6	7	8	9	10
90%	0,94	0,76	0,64	0,56	0,51	0,47	0,44	0,41
95%	0,98	0,85	0,73	0,64	0,59	0,54	0,51	0,48
99%	0,99	0,93	0,82	0,74	0,68	0,63	0,60	0,57

После исключения промахов

а) рассчитывают среднее арифметическое значение ( $\bar{x}$ ), отклонение каждой величины от среднего значения ( $x_i - \bar{x}$ ), квадраты отклонений  $(x_i - \bar{x})^2$  и представляют результаты в виде таблицы 3.

Таблица 3

Форма оформления результатов расчетов

	Определяемая величина $x_i$	Отклонение от среднего $d_i =  x_i - \bar{x} $	Квадрат отклонения $d_i^2 = (x_i - \bar{x})^2$

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

$$\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$$

- б) находят стандартное отклонение выборки  $S$ ;
- в) рассчитывают стандартное отклонение среднего  $S_{\bar{x}}$ ;
- г) находят полуширину доверительного интервала для среднего

$$\delta = S_{\bar{x}} \cdot t_{p,f}$$

при доверительной вероятности  $P = 95\%$  и числе степеней свободы  $f = n - 1$ .

Окончательный результат анализа представляется в виде доверительного интервала:  $x = \bar{x} \pm \delta$ .

Воспроизводимость определения характеризуется величиной доверительного интервала и относительным стандартным отклонением  $S_r$ . Чем меньше доверительный интервал и относительное стандартное отклонение, тем лучше воспроизводимость данного определения.

При условии отсутствия систематических погрешностей относительная (процентная) погрешность определения вычисляется по формуле:

$$E_r = \frac{\delta}{\bar{x}} \cdot 100\%$$

Анализ выполнен правильно, если действительное значение определяемой величины "Т" не выходит за пределы доверительного интервала, найденного для среднего результата анализа при доверительной вероятности  $P = 95\%$ , а относительное стандартное отклонение  $S_r$  меньше или равно 0,5%.

Если же действительное значение "Т" выходит за пределы доверительного интервала, то имеет место систематическая погрешность. Относительная (процентная) систематическая погрешность вычисляется по формуле:

$$E_r^s = \frac{|\bar{x} - T|}{T} \cdot 100\%$$

**Пример.** В результате определения массовой доли влаги с помощью влагомера «Эвлас-2М» получены следующие значения  $\omega$  ( $H_2O$ ) в процентах:

36,09; 36,10; 36,18; 36,10; 37,00; 36,14. Рассчитайте доверительный интервал для среднего результата анализа при  $P = 0,95$ . Оцените воспроизводимость и правильность анализа.

#### 1.4. Порядок выполнения работы

1. Для выявления и исключения возможных промахов проводим Q-тест. Для этого результаты располагаем в порядке возрастания их численных значений, т.е. варианты  $x_i$  представляем в виде упорядоченной выборки:

$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$x_5$	$x_6$
36,09	36,10	36,10	36,14	36,18	37,00

Рассчитываем значения Q-критерия для минимального и максимального значений выборки:

$$Q_1 = \frac{x_2 - x_1}{x_6 - x_1} = \frac{36,10 - 36,09}{37,00 - 36,09} = \frac{0,01}{0,91} = 0,01; \quad Q_6 = \frac{x_6 - x_5}{x_6 - x_1} = \frac{37,00 - 36,18}{37,00 - 36,09} = \frac{0,82}{0,91} = 0,90.$$

Из табл.2 определим табличное (критическое) значение Q-критерия при  $P = 0,90$  и  $n = 6$ . Так как  $Q_{\text{табл.}} = 0,56$ , что больше  $Q_1 = 0,01$ , то варианта  $x_1$  не является промахом. Значение  $x_6$  является промахом, т.к.  $Q_{\text{табл.}} = 0,56$  меньше  $Q_6 = 0,90$ . Исключив из выборки вариант  $x_6$ , повторяем Q-тест для оставшихся пяти значений.

$$Q'_1 = \frac{x_2 - x_1}{x_5 - x_1} = \frac{36,10 - 36,09}{36,18 - 36,09} = \frac{0,01}{0,09} = 0,1$$

$$Q'_5 = \frac{x_5 - x_4}{x_5 - x_1} = \frac{36,18 - 36,14}{36,18 - 36,09} = \frac{0,04}{0,09} = 0,4$$

Так как значения  $Q'_1$  и  $Q'_5$  меньше  $Q_{\text{табл.}} = 0,64$  при  $P = 0,90$  и  $n = 5$ , то полученная выборка больше не содержит грубо ошибочных результатов и может быть использована для дальнейшей математико-статистической обработки.

2. Находим среднее арифметическое  $\bar{x}$ , отклонение каждой из вариантов от среднего арифметического ( $d_i$ ), квадрат единичных отклонений ( $d_i^2$ ), сумму квадратов единичных отклонений и заносим результаты расчетов в таблицу 4.

3.

## Результаты расчетов

n	$x_i$	$d_i =  x_i - \bar{x} $	$d_i^2 =  x_i - \bar{x} ^2$
1	36,09	0,03	$9 \cdot 10^{-4}$
2	36,10	0,02	$4 \cdot 10^{-4}$
3	36,10	0,02	$4 \cdot 10^{-4}$
4	36,14	0,02	$4 \cdot 10^{-4}$
5	36,18	0,06	$3,6 \cdot 10^{-3}$

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} = 36,12$$

$$\sum (x_i - \bar{x})^2 = 5,7 \cdot 10^{-3}$$

3. Вычисляем стандартное отклонение выборки

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{5,7 \cdot 10^{-3}}{5-1}} = 3,8 \cdot 10^{-2}$$

и стандартное отклонение среднего арифметического

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \frac{3,8 \cdot 10^{-2}}{\sqrt{5}} = 1,7 \cdot 10^{-2}.$$

4. Рассчитываем полуширину доверительного интервала  $\delta$ .

Значение коэффициента Стьюдента  $t_{p,f}$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ , объеме выборки  $n=5$  и числе степеней свободы  $f = n-1 = 4$  определяем из Приложения 1.

$$\delta = s_{\bar{x}} t_{p,f} = 1,7 \cdot 10^{-2} \cdot 2,78 = 4,7 \cdot 10^{-2}.$$

5. Результат анализа представляем в виде доверительного интервала:

$$\omega_{\%}(\text{H}_2\text{O}) = 36,12 \pm 0,05.$$

6. Для оценки воспроизводимости анализа рассчитываем относительное стандартное отклонение

$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} \cdot 100\% = \frac{3,8 \cdot 10^{-2}}{36,12} \cdot 100\% = 0,1\%$$

и относительную (процентную) погрешность

$$E_r = \frac{\delta}{\bar{x}} \cdot 100\% = \frac{0,05}{36,12} \cdot 100\% = 0,1\%.$$

Численные значения  $S_r$  и  $E_r$  сверяют со значениями в ГОСТ.

12. Результаты математико-статистической обработки данных количественного анализа представляем в виде итоговой таблицы 5.

Таблица 5

Итоговые данные

$x_i = \omega_i(\text{H}_2\text{O}), \%$	36,09; 36,10; 36,10; 36,14; 36,18; 37,00
промахи	37,00
n	5
$\bar{x} \pm \delta, \%$	36,12 $\pm$ 0,05
$S_r, \%$	0,1
$E_r, \%$	0,1

**Задание 1.** В результате определения массовой доли влаги образца с помощью влагомера «эвлас-2М» были получены следующие значения  $\omega$  ( $\text{H}_2\text{O}$ ) в процентах: см. таблицу (Приложение 1). Рассчитайте доверительный интервал для среднего результата анализа при  $P = 0,95$ . Оцените воспроизводимость.

**1.5. Контрольные вопросы:**

1. Что такое воспроизводимость результатов?
2. Объясните понятие «инструментальная погрешность».
3. Что включает в себя систематическая погрешность?
4. В чем отличие индивидуальных и методических погрешностей?
5. Что такое промахи?
6. Что включает и как определяется абсолютная погрешность?
7. Что служит критериями воспроизводимости?
8. Для чего нужен коэффициент Стьюдента?
9. Как определяется относительное стандартное отклонение?



## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3**

### **Методы определения массовой доли влаги пищевых продуктов и сырья для их производств**

#### **1.1 Цели работы:**

1. Охарактеризовать различные виды продукции по влажности и изучить требования к их качеству.
2. Познакомиться с различными методами определения массовой доли влаги в пищевых продуктах, провести их сравнительную оценку по экспрессности, трудоемкости, точности.
3. Определить массовую долю влажности в продуктах

**1.2 Обеспечение:** Анализатор влажности «Эвлас - 2М», гиря 5 г, пинцет, сушильный шкаф электрический, бюксы с притертыми крышками, эксикатор, гомогенизатор или мясорубка механическая, чашка плоскодонная, палочка стеклянная, песок очищенный промытый кислотой высушенный, электрическая муфельная печь, анализатор влажности «ЭВЛАС – 2М» (далее влагомер), эксикатор с эффективным осушительным агентом, весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания  $\pm 0,001$ г., баня водяная, тигли, щипцы тигельные.

#### **1.3 Нормативные документы**

ГОСТ 3626 – 73 Молоко и молочные продукты. Методы определения содержания влаги и сухого вещества

ГОСТ 33319-2015 Мясо и мясные продукты. Метод определения массовой доли влаги

#### **1.4. Общие теоретические данные**

##### **Определение массовой доли влаги муки продуктов методом высушивания до постоянной массы**

Определение массовой доли влаги макаронных изделий до постоянной массы проводят в соответствии с ГОСТ 31964-2012 Изделия макаронные. Правила приемки и методы определения качества.

Настоящий стандарт распространяется на макаронные изделия, устанавливает правила их приемки и методы определения качества.

Сущность метода заключается в высушивании до постоянной массы при температуре 100-105 С (около 4 часов).

Методика проведения испытаний:

1. Сушильный шкаф включают в электросеть, установив термометр на температуру 130 °С.

2. Бюксы просушивают в сушильном шкафу в течение 30 мин и помещают для полного охлаждения в эксикатор на 15-20 мин.

3. Для приготовления первой лабораторной пробы отбирают 200-250 г макаронных изделий из суммарной пробы и измельчают на лабораторной мельнице.

4. Измельченную лабораторную пробу макаронных изделий просеивают через сито размером отверстий 1000 мкм.

5. Влажность определяют в двух параллельных навесках. Из подготовленной лабораторной пробы макаронных изделий отбирают две пробы для анализа массой  $(5,00 \pm 0,01)$  г каждая, помещают в подготовленные по бюксы и ставят в открытом виде вместе с пробами для анализа и крышками в сушильный шкаф температурой 100 °С - 105 °С на 3 ч. По истечении времени высушивания бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе до полного остывания, но не более 2 ч, и взвешивают.

6. При дальнейшем высушивании пробы взвешивают через каждый час до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

*Обработка результатов.*

Массовую долю влаги  $X$  %, вычисляют по формуле:

$$X = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{(m_1 - m_0)}$$

где  $m_0$  — масса чашки с палочкой и песком, г;

$m_1$ — масса чашки с навеской пробы, палочкой и песком перед высушиванием, г;

$m_2$ — масса чашки с навеской пробы, палочкой и песком после высушивания, г;

Вычисления проводят до второго десятичного знака, затем результат определения влажности округляют до первого десятичного знака. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,2%.

### **Определение массовой доли влаги продуктов методом ускоренного высушивания**

Определение массовой доли влаги макаронных изделий ускоренным методом проводят в соответствии с ГОСТ 31964-2012 Изделия макаронные. Правила приемки и методы определения качества.

Настоящий стандарт распространяется на макаронные изделия, устанавливает правила их приемки и методы определения качества.

Методика проведения испытаний:

1. Для приготовления первой лабораторной пробы отбирают 200-250 г макаронных изделий из суммарной пробы и измельчают на лабораторной мельнице.

2. Измельченную лабораторную пробу макаронных изделий просеивают через сито размером отверстий 1000 мкм.

3. Из подготовленной лабораторной пробы макаронных изделий отбирают две пробы для анализа массой  $(5,00 \pm 0,01)$  г каждая, помещают в подготовленные бюксы и ставят в открытом виде вместе с пробами для анализа и крышками в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 130 °С. Высушивание проводят при полной загрузке сушильного шкафа. Доводят температуру шкафа до 130 °С и этот момент считают началом сушки. Продолжительность высушивания 40 мин при температуре  $(130 \pm 2)$  °С.

4. По истечении времени высушивания бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе до полного остывания, но не более 2 ч, и взвешивают.

#### **Обработка результатов.**

Массовую долю влаги  $X$  %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{(m_1 - m_0)}$$

где  $m_0$ — масса бюксы с песком и палочкой, г;

$m_1$ — масса бюксы с песком, палочкой и навеской, г;

$m_2$ — масса бюксы с песком, палочкой и навеской после высушивания, г;

#### **Определение массовой доли влаги экспресс – методом**

Анализатор влажности «ЭВЛАС – 2М» (далее влагомер) предназначен для экспрессного определения массовой доли влаги во всех видах пищевых продуктов мясной молочной, кондитерской промышленности и др.

Методика проведения испытаний:

Влагомер реализует термогравиметрический метод определения влажности. Принцип действия влагомера осуществляется за счет беспрепятственного проникновения инфракрасных лучей в анализируемую пробу, преобразования в ней в тепловую энергию, которая вызывает испарение и, следовательно, высушивает пробу. Этот метод основан на высушивании пробы с известной исходной массой, взвешивании остатка и вычислении относительного изменения массы.

Влагомер сам выполняет данные операции: встроенное взвешивающее устройство автоматически определяет начальный вес пробы, затем начинается этап сушки. Взвешивающее устройство осуществляет непрерывное измерение веса пробы и передает данные на микропроцессор, который сравнивает каждое текущее значение с предыдущим. Как только достигается предварительно заданный параметр отключения, влагомер прекращает процесс сушки, считает начальный и конечный вес и выводит результаты на индикатор.

Во влагомере заложены три параметра задаваемые пользователем:

- Таймер – высушивание пробы при заданной температуре в течение заданного времени.

- Порог - при заданной температуре и заданном интервале сравнения текущего значения влажности с предыдущим значением (так называемым «Опросом»). Анализ заканчивается, при достижении влаги меньше заданного («Порога»)

- Автоматический параметр отключения, когда влажность не изменяется в течение заданного интервала: сравнения «Опроса» при заданной температуре, т.е. «Порог» равен 0.

### **Подготовка проб**

Все анализируемые пробы при проведении анализа должны быть однородными по влажности и температуре.

Отбор и подготовка проб анализируемых продуктов производится по действующей нормативно-технической документации и методикам выполнения

### **Порядок работы на анализаторе влажности «ЭВЛАС – 2М»**

#### **Подготовка прибора к работе**

1. Прогрев влагомера. Для обеспечения нормального функционирования влагомер должен быть прогрет в течение 30 мин. Время прогрева задано программно.

2. При включении питания в положение «ВКЛЮЧЕНО» на индикатор выводится наименование модели прибора и его заводской номер. Через 3 сек. выводится сообщение «ПРОГРЕВ»

3. Нажмите кнопку «ВВОД». На индикаторе появится сообщение «ПОСТАВЬТЕ ЧАШУ. НАЖМИТЕ ВВОД».

4. Откройте сушильную камеру, поставьте на крестовину взвешивающего устройства пустую чистую чашу для навесок, нажмите кнопку «ВВОД». На индикаторе появится сообщение «ПОСТАВЬТЕ ГИРЮ. НАЖМИТЕ ВВОД». Поместите гирию массой 5г. в центр чаши для навесок. Закройте сушильную камеру, нажмите кнопку «ВВОД». На индикатор выводится текущее время прогрева и сообщение «ПРОГРЕВ». Через 30 мин. нагреватель автоматически

выключается, раздается кратковременный прерывистый звуковой сигнал, и на индикатор выводится сообщение «Т°С. ОПРОС ПОРОГ». Уберите чашу с гирей из сушильной камеры. Закройте сушильную камеру.

5. Прерывание программы прогрева осуществляется кнопкой «СТОП». Если интервал времени между двумя последовательными измерениями превышает 40 мин. необходимо прогреть влагомер в режиме «ПРОГРЕВ» в течение (10-15) мин.

### **Подготовка к измерению**

1. Кнопкой «МЕНЮ» установите «Таймер» или «Порог».

- Если выбран параметр «Таймер», то кнопкой (j) выставьте нужную Вам температуру, а кнопкой O выставьте время в течение которого будет высушиваться проба. Если Вы выставите знак (oo) при выборе времени, то влагомер будет высушивать пробу бесконечно долго.

- Если выбран параметр отключения «Порог», то кнопкой (j) выставьте нужную температуру, при которой будет высушиваться проба, кнопкой «—» выставьте значение опроса, а кнопкой «J»- порог срабатывания. Если значение порога срабатывания равно 0,00%, то влагомер будет работать в автоматическом режиме.

2. Нажмите кнопку «ВВОД». Появится сообщение «ПОСТАВЬТЕ ЧАШУ. НАЖМИТЕ ВВОД».

### **Тарирование**

1. Откройте сушильную камеру. Поставьте на крестовину взвешивающего устройства пустую чистую чашу для навесок. В случае, если по используемой методике выполнения измерений анализ производится с применением фильтра, тарирование проводится чашей, нагруженной соответствующим вспомогательным материалом.

2. Закройте сушильную камеру, нажмите кнопку «ВВОД» На индикатор выводится сообщение «ЖДИТЕ». По окончании измерения массы чаши на индикатор выводится сообщение «ПОСТАВЬТЕ ГИРЮ 5000мг. НАЖМИТЕ ВВОД».

## Градуирование

1. Откройте сушильную камеру, поместите гирю массой 5г в центр чаши для навесок. Если у Вас масса пробы более 6г, то градуирование необходимо осуществлять гирей массой 10 г. Выбор гири осуществляется кнопкой «0». Температура для измерения массовой влаги макаронных изделий устанавливается 130С, порог 0,01.

2. Закройте сушильную камеру нажмите кнопку «ВВОД». На индикатор выводится сообщение «ЖДИТЕ». По окончании измерения массы гири на индикатор выводится сообщение «ПОСТАВЬТЕ ПРОБУ. НАЖМИТЕ ВВОД».

3. Откройте сушильную камеру, уберите гирю с чаши.

## Измерение

Интервал времени между двумя последовательными измерениями должен составлять не менее 3 мин. При этом сушильная камера должна быть открыта, чаша с крестовины снята. Для итогового значения берут среднее арифметическое трех последовательных измерений.

1. Снимите чашу и поставьте ее на чистую ровную поверхность.  
2. Поместите в чашу пробу (измельченные и просеянные макаронные изделия), равномерно распределив ее по поверхности чаши.

3. Поставьте чашу с пробой на крестовину взвешивающего устройства и нажмите кнопку «ВВОД». На индикатор выводится значение массы навески в мг и сообщение «НАЖМИТЕ ВВОД».

4. Закройте сушильную камеру, дождитесь устойчивых показаний влагомера, нажмите и удерживайте кнопку «ВВОД» до очистки индикатора.

5. Подтверждение выполнения команд осуществляется кратковременным звуковым сигналом.

Через определенный промежуток времени, определяемый рабочим режимом, в сушильной камере включится нагреватель, а на индикатор выводится текущее время измерения, текущее значение относительной влажности в % и параметр отключения.

По окончании анализа нагреватель автоматически выключается, выдается

кратковременный прерывистый звуковой сигнал и на индикатор выводится результат измерения в % и значение общего времени измерения

### **1.6. Порядок выполнения работы**

**Задание 1.** Изучите нормативные документы, определите условия для проведения исследования конкретных образцов, заполните таблицу 6.

**Задание 2.** Изучите порядок проведения исследований. Ответьте на контрольные вопросы

*Таблица 6*

#### **Отчет о выполнении задания 1**

№ образца	Наименование продукта	Нормативный документ	Порядок подготовки проб	Температурные режимы при высушивании пробы	Длительность проведения исследования

**Задание 3.** Проведите определение массовой доли влаги в образцах (муки или макаронных изделий), сравните значения полученные разными методиками проведения испытаний, результаты оформите в виде протокола.

#### **1.7 Контрольные вопросы:**

1. В чем сущность прямого метода определения массовой доли влажности?
2. Объясните понятие «высушивание до постоянной массы».
3. Какие процессы протекают в пищевых продуктах в процессе высушивания?
4. Опишите суть работы прибора «Эвлас 2М».
5. Как добиваются ускорения процесса минерализации?
6. Чем сушильный шкаф отличается от муфельной печи?
7. Какие физико-химические показатели можно определить при анализе пищевых продуктов гравиметрическими методами?
8. Какие существуют способы минерализации проб?



## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

### Определение массовой доли белка в пищевых продуктах

#### 1.1 Цели работы:

1. Изучить различные методы определения массовой доли белка в пищевых продуктах
2. Ознакомиться с работой комплекса по определению азота и белка методом Кьельдаля «КЕЛЬТРАН» (KELTRUN)
3. Определить массовую долю белка в образцах продукции

**1.2 Обеспечение:** комплекс по определению азота и белка методом Кьельдаля «КЕЛЬТРАН», аналитические весы, образцы пищевой продукции.

#### 1.3 Нормативные документы

1. ГОСТ Р 53951-2010. Продукты молочные, молочные составные и молокосодержащие. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля
2. ГОСТ 25011-2017 Мясо и мясные продукты. Методы определения белка
3. ГОСТ Р 54662-2011 Сыры и сыры плавленые. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля

#### 1.4. Основные теоретические сведения

Одним из важнейших показателей качества продукции, определяющим ее пищевую ценность, является содержания белка. Классическим способом определения белка является метод, разработанный еще в 1883 году датским химиком Иоганном Кьельдалем, который впоследствии был назван его именем. Это очень трудоемкий и продолжительный анализ, и потому в современной лабораторной практике метод Кьельдаля часто пытаются заменить альтернативными методами определения белка, в том числе, с использованием дорогостоящих программно-аппаратных комплексов. Но метод Кьельдаля, несмотря на его сложность, до сих пор остается единственным общепризнанным арбитражным методом определения белка, и чаще всего используется в качестве эталонного для калибровки и настройки других методик анализа сырья и готовой

продукции.

Метод включает в себя несколько основных этапов:

- отбор и подготовку проб,
- мокрое озоление,
- отгонку с паром и определение концентрации аммония (фотометрически или титриметрически).

Для каждого этапа предусмотрены свои аппаратные решения, которые в настоящее время фактически стали стандартными и практически полностью заменили действия, выполняемые лаборантом вручную.

*Этап 1.* Отбор и подготовка проб. Необходимое условие получения точных результатов анализа по Кьельдалю - тщательная подготовка образцов. Процедура подготовки проб должна обеспечивать гомогенизацию образца, т. к. размер частиц в анализируемых пробах не должен превышать 1 мм. Взвешивание образцов для последующего анализа по Кьельдалю должно проводиться на аналитических весах с точностью до 0,1 мг. Важно знать влажность образца и всегда анализировать либо предварительно высушенные образцы, либо образцы с точно установленным содержанием влаги.

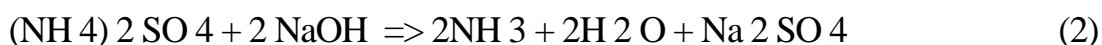
*Этап 2.* Мокрое озоление. Образец анализируемой пробы взвешивается в специальную колбу, а затем разлагается при нагревании в присутствии серной кислоты (окислитель), безводного сульфата натрия (для ускорения реакции за счет повышения температуры кипения) и катализаторов, таких как медь, селен, титан, или ртуть. При разложении любого азота в продукте (кроме азота, который находится в виде нитратов или нитритов) образуется аммиак, который в растворе сильной серной связывается в ион аммония ( $\text{NH}_4^+$ ) и, следовательно, остается в растворе. Общий вид реакции будет следующим:



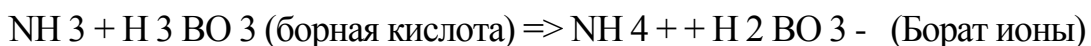
Это самый трудоемкий и продолжительный этап в методе Кьельдаля, в результате которого происходит полное "сжигание" образца в серной кислоте. Однако использовать для озоления чистую серную кислоту нецелесообразно из-за низкой скорости протекания процесса. Скорость озоления и разрушения образца

зависят не только от свойств кислоты, но и от температуры обработки. Чем выше температура, тем меньше времени уходит на разложение. При использовании чистой серной кислоты температура озоления ограничивается, в основном, её точкой кипения (338°C), в то время как для полного разложения необходима более высокая температуры. Скорость мокрого озоления можно значительно увеличить за счет добавления солей и катализаторов. В классическом приборе Кьельдаля на каждый грамм образца обычно необходимо 25 мл кислоты и несколько часов для проведения разложения. Основной эксплуатационной проблемой для данной стадии анализа является выделение большого количества ядовитых паров диоксида и триоксида серы.

*Этап 3.* Отгонка с паром. Полученный после стадии разложения прозрачный раствор не годится для непосредственного определения в нем аммонийного азота из большого содержания мешающих компонентов. Для отделения аммонийного азота он переводится в аммиачную форму (добавлением щелочи) и отгоняется с паром на специальных приборах, называемых дистилляторами. Для этого содержимое колбы количественно переносят в специальную пробирку для отгонки, добавляют щелочь и отгоняют выделяющийся аммиак. Наиболее полно и гладко этот процесс проходит при использовании метода перегонки с паром. Общий вид реакции будет следующим:



Газообразный аммиак, улавливается в отдельной колбе с избытком раствора бороной кислоты. Низкий pH раствора в колбе способствует переходу газообразного аммиака в ион аммония, и одновременно преобразует борную кислоту в борат ион: Общий вид реакции будет следующим:



*Этап 4.* Определения содержания аммонийного азота. Результаты по определению белка принято представлять в мг/л аммонийного азота, поэтому

метод определения белка по Кьельдалю (что более распространено в пищевой промышленности) часто еще называют методом определения общего азота по Кьельдалю. Пересчет на содержание белка осуществляется по известному коэффициенту, который в общем случае равен 6.25, но может несколько отличаться для различных типов белка. Перегоняемый с паром аммиак собирается в колбе, в которую предварительно помещают раствор борной или серной кислоты с известной нормальностью. Полученный чистый раствор бората или сульфата аммония может быть легко оттитрован прямым или обратным методом. Борат ионы титруют серной или соляной кислотой, используя подходящий индикатор для определения конечной точки реакции.



Концентрации ионов водорода (в молях), необходимое для достижения точки эквивалентности соответствует концентрации азота, в первоначальном образце (уравнение 3).

### **Использование автоматизированного комплекса «КЕЛЬТРАН» для определения массовой доли белка**

«КЕЛЬТРАН» (KELTRUN) - комплект оборудования для проведения полного аналитического цикла по методу Кьельдаля, по сравнению с ручным исполнением он позволяет:

- увеличить скорость дистилляции и озоления,
- одновременная обработка нескольких проб);
- обеспечить безопасность лаборанта, за счет высокого качества реакционных сосудов, эффективного поглощение кислотных паров вытяжной системой, дополнительной защиты персонала в нештатных ситуациях;
- уменьшить возможные потери в процессе анализа;
- улучшить воспроизводимость результатов.

Комплект оборудования включает в себя несколько независимых приборов, позволяющих выполнять каждый из этапов определения белка.

**Дигестор «КЕЛЬТРАН»** - это печь для мокрого озоления, т.е. полуавтоматическая установка для проведения разложения по методу Кьельдаля, проводит подготовку проб (сжигание пробы в кислоте в присутствии катализатора при высокой температуре). Включает в себя нагревательный блок, комплект термостойких пробирок и водоструйный насос.



Рис. 6. Дигестор и скруббер «КЕЛЬТРАН»

**Скруббер «КЕЛЬТРАН».** Предназначен для удаления и нейтрализации продуктов распада при озолении (рис. 6). Высокоэффективный насос, высасывает газы из дигестора и пропускает их через раствор щелочи, а затем через воду, за счет чего происходит нейтрализация и очистка отходящих газов. В комплекте входят скруббер, емкости для поглотительных жидкостей и соединяющие шланги.

**Дистиллятор «КЕЛЬТРАН» (рис. 7)** предназначен для перегонки образца с водным паром после разложения по методу Кьельдаля. Прибор позволяет не только значительно ускорить сам анализ, но и повысить воспроизводимость получаемых результатов. В комплект прибора входит собственно дистиллятор,

термостойкая пробирка диаметром 45 мм и коническая колба для нагревания объемом 250мл.



Рис. 7. Дистиллятор «КЕЛЬТРАН»

**Титровальная установка** необходима для определения аммонийного азота с помощью титрования, установки могут быть как ручные так и автоматические.

### **1.5. Порядок выполнения работы**

**Задание 1.** Изучите нормативные документы, определите условия пробоподготовки для проведения исследования конкретных образцов, заполните таблицу 7.

**Отчет о выполнении задания 1**

№ образца	Наименование продукта	Нормативный документ	Порядок подготовки проб

**Задание 2.** Изучить порядок проведения исследований. Под руководством преподавателя провести определение массовой доли белка в предложенных образцах продукции. Ответь на контрольные вопросы.

**1.6 Контрольные вопросы:**

1. В чем суть метода определения массовой доли белка по методу Кьельдаля?
2. Каковы преимущества автоматического комплекса перед ручным измерением?
3. Что входит в состав измерительного комплекса «Кьельтран»?
4. В чем сущность стадии озоления?
5. В чем сущность стадии дистилляции ?
6. Как проводят пересчет азота на количество общего белка?
7. Какие основные принципы пробоподготовки к методу определения белка по Кьельдалю?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

### Определение показателей качества пищевых продуктов с помощью инфракрасного анализатора ИНФРАСКАН-3150

#### 1.1 Цели работы:

1. Познакомиться с работой прибора ИНФРАСКАН-3150
2. Определить показатели качества пшеницы, муки, растительного масла.

**1.2 Обеспечение:** Автоматический инфракрасный анализатор ИНФРАСКАН-3150, кисточка, ложка, образцы пшеницы, муки, подсолнечного масла.

#### 1.3 Нормативные документы

1. ГОСТ 9353-2016 Пшеница. Технические условия
2. ГОСТ 26574-2017 Мука пшеничная хлебопекарная. Технические условия
3. ГОСТ 1129-2013 Масло подсолнечное. Технические условия

#### 1.4. Основные теоретические сведения

ИНФРАСКАН – 3150 – это современный автономный инфракрасный анализатор, который предназначен для экспресс определения показателей качества зерновых, зернобобовых, масличных культур, кормов и сырья для их производства и других веществ путём измерения оптических характеристик специально подготовленных проб анализируемых продуктов в ближней инфракрасной области спектра.

Определение проводится путём измерения интенсивности инфракрасного излучения в диапазоне длин волн 1400-2500 нм, диффузно отражённого от исследуемой пробы, расчёта спектральных коэффициентов и вычисления на их основе массовых долей определяемых компонентов.

Анализаторы предназначены для применения в лабораториях зернопроизводящих хозяйств, элеваторов и зерноприёмных пунктов, селекционных центров, хлебных и зерновых инспекций, растениеводческих



НИИ, комбикормовых заводов, предприятий масложировой промышленности, в контрольно-аналитических лабораториях ЦСМ и других организациях и предприятиях, связанных с исследованиями, оценкой качества и сертификацией зерновых культур, масличных культур, комбикормов и т. п.

Анализатор позволяет определить содержание в различных пищевых продуктах и сельскохозяйственном сырье массовой доли белка, влаги, клейковины, жира, золы, степень белизны, клетчатки, кислотного числа и др.

Анализатор представляет собой измерительный блок совмещенный с блоком обработки (1), на верхней поверхности которого размещено специальное устройство измерения образца (2). Исследуемый образец помещается в кювету (3), которая устанавливается в устройство измерения образца (2). Устройство измерения образца оборудовано приводом, с помощью которого кювета с пробой поворачивается во время проведения измерения. Оператор управляет работой измерительного блока с помощью сенсорного дисплея (4) находящегося на лицевой панели прибора. Встроенный информационно-вычислительный комплекс обеспечивает обработку полученных данных, хранение информации на жестком диске и выведение результатов измерений на сенсорный дисплей.



Рис. 8. Внешний вид анализатора ИНФРАСКАН 3150

## **Подготовка к работе**

Подключите прибор к сети 220В. Переведите тумблер на задней панели в состояние «ВКЛ». После этого на передней панели в правом нижнем углу загорится синим цветом сенсорная кнопка «ВКЛ/ВЫКЛ». Для включения сенсорного дисплея прикоснитесь к кнопке и удерживайте её в течение 1 сек. Кнопка начнет пульсировать, плавно меняя яркость. Через 40-50 секунд на экране дисплея появится главное рабочее окно. При включении, прибор проходит этапы самотестирования и после переходит в режим термостатирования. Для проведения настройки прибора нажмите кнопку «Настройки». Введите в память прибора всех операторов, которые будут работать на данном приборе. Для выполнения данной опции выберите закладку «Оператор» и щёлкните на поле «Введите имя нового оператора», после этого нажмите «Сохранить».

Для выбора продукта исследования нажмите на поле «Выбрать продукт» в правом верхнем углу главного окна. Введите номер образца. Для этого нажмите на соответствующее поле в правой части главного окна и введите данные с помощью виртуальной клавиатуры. Для сохранения данных нажмите кнопку «Сохранить». Для закрытия окна редактора без сохранения данных нажмите кнопку «Отмена».

Если требуется введение дополнительной информации, нажмите поле «Комментарии» в главном окне и введите данные с помощью виртуальной клавиатуры. Нажмите кнопку «Сохранить». Для закрытия окна редактора без сохранения данных нажмите кнопку «Отмена».

## **Проведение исследования**

Подготовка образцов продуктов к измерениям производится в соответствии с требованиями действующих стандартов и аттестованных методик, разработанных для проведения анализа методом спектроскопии в ближней инфракрасной области.

Порядок проведения исследования:

1. Введите данные оператора в анализатор, введите наименование

образца и номер пробы.

2. Измельчите образец пшеницы на лабораторной мельнице. Мука и подсолнечное масло дополнительной подготовки не требуют.

3. Поместите образец в кювету, равномерно распределите его по всей поверхности чашки, исключая образования пустот на дне чашки. Образец должен заполнять чашку не менее чем на  $2/3$  объёма. На наружной поверхности дна чашки и на оптическом окне прибора не должно быть частиц исследуемого образца.

4. Установите кювету в устройство измерения образца и нажав клавишу «начало измерения» проведите исследование.

5. Распечатайте полученные данные на принтере.

6. Для проведения нового измерения очистите кювету с помощью кисточки или безворсовой салфетки и продолжайте работу согласно пунктам.

**Задание 1.** Произвести отбор проб и подготовку к анализу пшеницы, муки и подсолнечного масла, проведите оценку образцов с помощью анализатора ИНФРАСКАН 3150, результаты определения должны быть оформлены в виде распечатанных чеков.

### **1.7. Контрольные вопросы**

1. Объясните принцип действия инфракрасного анализатора ИНФРАСКАН 3150.
2. Что позволяет определить анализатор ИНФРАСКАН 3150?
3. Объясните порядок работы с анализатором. ?
4. Для чего проводится пробоподготовка пшеницы?
5. Почему важно тщательно очищать прибор после использования?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

### Определение показателей качества молока

#### с помощью прибора «Лактан 1-4»

##### 1.1. Цель работы

1. Изучить работу анализатора «Лактан 1-4»
2. Провести определение содержания основных компонентов и показателей качества молока

**1.2. Материальное обеспечение:** анализатор «Лактан 1-4», препарат для приготовления промывочных растворов.

**1.3. Объект исследования:** молоко сырье, молоко пастеризованное и стерилизованное разных производителей

##### 1.4. Нормативные документы

1. ГОСТ 31450-2013 Молоко питьевое. Технические условия
2. ГОСТ 31449-2013 Молоко коровье сырое. Технические условия

##### 1.5. Основные теоретические сведения

Перспективным направлением в молочной промышленности является внедрение многокомпонентных анализаторов состава молока.

Ультразвуковые анализаторы (УЗ-анализаторы) комплексного состава молока основаны на использовании зависимости скорости распространения ультразвука или степени его поглощения от физико-химического состава молока, в частности от плотности его компонентов и температуры. Поскольку составные части молока имеют разную плотность, то скорость ультразвука зависит от их массовой доли в нем. Разработан ряд ультразвуковых анализаторов молока зарубежного производства, например, «Дэйризон» (США) и отечественных – «ПАН-3», «ФМУ-1», «Лактан 1-4», «Лактан-Супер» и «Клевер-1М».

Ультразвук (УЗ) представляет собой упругие волны с частотой приблизительно от 15-20 кГц до 109 Гц.

Благодаря высоким частотам и малым длинам волн распространение ультразвука имеет особенности. Ввиду малой длины волны ультразвука

характер его распространения определяется в первую очередь молекулярной структурой среды, поэтому, измеряя скорость и коэффициент затухания, можно судить о молекулярных свойствах вещества. По данным скорости и коэффициенту затухания во многих случаях можно осуществить контроль протекания того или иного процесса.

В основу работы УЗ-анализатора положен принцип измерения скорости распространения ультразвука, которая является функцией массовой доли жира, СОМО, плотности и температуры молока или сливок.

Измеряя скорость распространения ультразвука в одной и той же пробе молока при разных температурах можно получить данные о массовой доле жира и СОМО.

При измерении показателей практически не требуется специальной подготовки пробы (кроме нагрева в приборе), на результаты измерений не влияют размеры жировых шариков и мицелл белка, а после анализа проба пригодна для дальнейшего использования.

Анализатор качества молока «Лактан 1-4 М» предназначен для измерения массовых долей жира, белка, сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО), добавленной воды и плотности в цельном свежем, консервированном, пастеризованном, нормализованном, восстановленном, обезжиренном молоке и молоке длительного хранения.

Анализатор может использоваться для проведения экспресс-анализов при заготовке, приемке и переработке молока, а также в селекционной работе.

Кислотность анализируемого молока – не более 20°Т.

Питание анализаторов осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В частотой 50 Гц.

Нормальные условия применения:

температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ;

относительная влажность воздуха от 30 до 80%;

атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

К анализу допускается свежее, консервированное, пастеризованное, нормализованное, восстановленное, обезжиренное молоко и молоко длительного хранения.

Отбор проб проводится по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809 (для молока и сливок), по ГОСТ 3622 (для сухого молока, концентрированного молока и мороженого) и в соответствии с указаниями методики выполнения измерений (далее МВИ).

Рабочий объем анализируемой пробы молока – 25 см<sup>3</sup>.

Кислотность анализируемого молока не более 20 Т°.

### 1.6. Порядок выполнения работы

Установите анализатор на горизонтальной плоскости, обеспечив удобство работы и условия естественной вентиляции. Подсоедините шнур питания к напряжению сети ~220В. Выключатель "Сеть" установите в положение «Вкл». На дисплее появится номер версии программного обеспечения.

Затем последовательно выводятся два сообщения:

• 0: E0=•1-4 8•220
101

В первом сообщении нижней строки отображается серийный номер анализатора.

• 0: E0=•1-4 8•220
• 7<5@ 99

Во втором сообщении нижней строки отображается количество сделанных измерений на анализаторе.

Затем анализатор включит режим прогрева. Анализатор будет прогреваться 5 минут, время прогрева отображается на дисплее. После прогрева анализатор готов к работе. На дисплее отображается текущее время "Час:Минуты", "День/Месяц/Год". Выберите необходимый режим кнопкой "МЕНЮ".

Режим «Молоко 1» подходит для измерения сырого молока, для всех остальных типов молока используется режим «Молоко 2».

Режим «Тех.реж» используется для градуировки прибора, см. «Руководство пользователя на программное обеспечение».

Режим «Мойка» используется для промывки анализатора. Для запуска режима нажмите кнопку "ПУСК".

Режим «Язык» используется для переключения вывода сообщений на английском или русском языке. Для смены языка нажмите кнопку "ПУСК".

### **Использование анализатора**

Поставьте в паз анализатора стаканчик с анализируемой пробой и нажмите кнопку "ПУСК". Через несколько секунд после закачивания пробы на индикаторе появится температура пробы и текущее время измерения в правом нижнем углу.

**ВНИМАНИЕ!** Температура пробы измеряется в стаканчике. Следовательно, налив в теплый стакан холодную пробу, температура пробы в стакане увеличится на несколько градусов в зависимости от разности температур теплого стакана и холодной пробы.

Затем анализатор перейдет в режим измерения остальных параметров, и после окончания измерения проба сливается из измерительного тракта, и на дисплей выводятся результаты:

ЖИР СОМО БЕЛОК

3,12	8,46	3,25
28,25		0

ПЛОТНОСТЬ ВОДА

При повторном измерении пробы закачивание производится путем последовательного нажатия кнопки "МЕНЮ", а затем "ПУСК".

При анализе двух контрастных проб (обрат, цельное молоко, сливки) для большей достоверности результата необходимо выкачать остатки

предыдущей пробы. Для этого произвести измерение с пустым стаканчиком, последовательным нажатием кнопок "МЕНЮ" и "ПУСК". Через несколько секунд на дисплее появится сообщение

Если перерыв между измерениями более часа, то необходимо произвести автоматическую промывку.

По окончании работы необходимо произвести полную промывку.

**ВНИМАНИЕ!** Данные первой пробы будут некорректными, так как в анализаторе остались капли воды после промывки, которые разбавили молоко.

### **Полная промывка**

После окончания работы **ОБЯЗАТЕЛЬНО** промойте анализатор! **ПОМНИТЕ:** остатки молока в измерительном тракте могут привести к поломке анализатора!

- Подогрейте проточную воду до температуры 60-70 °С. Разведите в ней стиральный порошок в пропорции 3 г порошка (чайная ложка) на 0,5 л воды;
- отсоедините шнур питания от сети;
- отсоедините от штуцера «Выход» на задней панели, нижний конец промывочного шланга и присоедините к нему шприц (рисунок 9);
- установите на анализатор стаканчик с промывочной жидкостью;



**Рис.9. Промывка анализатора «Лактан 1-4 М»**



- сделайте несколько перекачек шприцем;
- смените промывочную жидкость и повторите промывку;
- поменяйте промывочную жидкость на чистую проточную воду и промойте еще раз;
- меняйте воду до тех пор, пока вода не станет чистой;
- промойте измерительный канал анализатора дистиллированной водой;
- продуйте канал пустым шприцем;
- наденьте промывочный шланг обратно на штуцер «Выход».

**Задание 1.** Произвести отбор проб молока и проедите оценку его показателей с помощью анализатора, результаты определения, с учетом обработки математическими методами, должны быть оформлены в виде таблицы 7.

Таблица 8

### Оформление результатов измерения

Наименование продукта:						
№ измерения	Значение определяемых показателей					
	Массовая доля жира, %	Массовая доля СОМО, %	Массовая доля белка, %	Плотность, г/м <sup>3</sup>	Температура, °С	Массовая доля воды, %
1						
2						
3						
Значение показателя Хср. ± ΔХ						

#### 1.8. Контрольные вопросы

6. Объясните принцип действия ультразвукового анализатора молока.
7. Что такое СОМО?
8. Для каких целей используют экспресс-анализатор «Лактан 1-4М»?
9. Чем отличаются режимы «Молоко 1» и «Молоко 2»?
10. Почему важно промывать прибор после использования?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

### Определение содержания сухих веществ в пищевых продуктах методом рефрактометрии

#### 1.1. Цель работы:

- освоить метод определения показателя преломления прозрачных жидкостей с помощью рефрактометра;
- изучить принцип действия рефрактометра и определить зависимость показателя преломления сока от концентрации сухих веществ;
- определить неизвестную концентрацию раствора.

**1.2. Материальное обеспечение:** рефрактометр ИРФ-454 Б2М, стеклянная палочка, фильтровальная бумага, стаканы лабораторные, водяная баня, термометр.

**1.3. Нормативные документы:** ГОСТ 28562-90. «Продукты переработки плодов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ», ГОСТ ISO 2173-2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

**1.4. Объекты исследования:** сок яблочный, джем из ягод, сухофрукты.

#### 1.5. Основные теоретические сведения

Рефрактометром называют прибор, служащий для определения показателя преломления световых лучей в прозрачных жидкостях. Принцип действия прибора основан на явлении полного внутреннего отражения, возникающем на границе раздела двух сред, при переходе луча из оптически более плотной в оптически менее плотную среду.

Главной частью рефрактометра является система двух прямоугольных призм – осветительной ( $A_1B_1C_1$ ) и измерительной ( $ABC$ ), сделанных из стекла с большим показателем преломления (рис. 10). У осветительной призмы грань  $A_1B_1$  матовая, а грань  $AB$  измерительной призмы

полированная. Призмы расположены так, что между гранями остается узкое плоско-параллельное пространство, которое заполняется исследуемой жидкостью.

При работе в проходящем свете лучи от источника света проходят через грань  $B_1C_1$  осветительной призмы и падают на матовую поверхность грани  $A_1B_1$ . Вследствие рассеяния света матовой поверхностью в исследуемую жидкость входят лучи под всевозможными углами (см. точки а и б). Благодаря этому, углы падения лучей, падающих на границу АВ жидкость-стекло, будут иметь значения от  $0^\circ$  до  $90^\circ$ .

Для луча, скользящего по границе раздела, угол падения  $i_0 = 90^\circ$  и согласно закону преломления:

$$n_1 = n_2 \sin r_0 ,$$

где  $n_1$  – показатель преломления жидкости, а  $n_2$  – показатель преломления призмы ( $n_1 < n_2$ ),  $r_0$  – предельный угол полного внутреннего отражения.

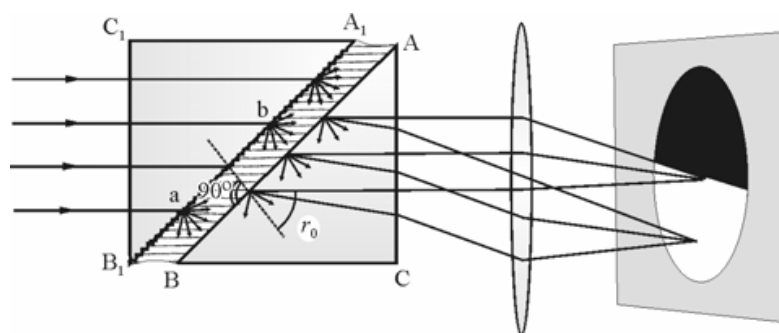


Рис. 10. Система призм рефрактометра

Если на пути лучей, выходящих из измерительной призмы, поставить зрительную трубу, то нижняя половина её поля зрения будет освещена, а верхняя остается темной. При этом положение границы светотени определяется лучом, соответствующим предельному углу.

При работе в отраженном свете лучи света направлены на матовую грань ВС измерительной призмы. Лучи на ней рассеиваются, попадают на грань АВ под всевозможными углами и преломляются на границе стекло-

жидкость. Те лучи, которые падают на поверхность АВ под углом меньшим предельного, пройдут в жидкость и далее в призму  $A_1B_1C_1$ . Лучи, которые упадут на границу под углом, большим предельного, претерпят в призме ABC полное внутреннее отражение и выйдут через границу AC. В поле зрения зрительной трубы будут наблюдаться две области: верхняя – ярко освещенная и нижняя – темная.

При наблюдении в белом свете граница света и тени из-за дисперсии будет размыта и окрашена. Для устранения окраски и получения резкого изображения границы служит компенсатор, состоящий из двух призм прямого зрения, которые могут вращаться во взаимно перпендикулярных направлениях.

Призма прямого зрения (призма Амичи) склеена из трех трехгранных призм (рис. 11), изготовленных из стекол разного сорта. Две крайних призмы изготовлены из крона с показателем преломления  $n_k$ , а средняя - из флинта ( $n_f, n_f > n_k$ ). Такая призма, не меняя направления желтых лучей, отклоняет синие и фиолетовые лучи в сторону основания средней призмы, а оранжевые и красные – в сторону ее вершины.

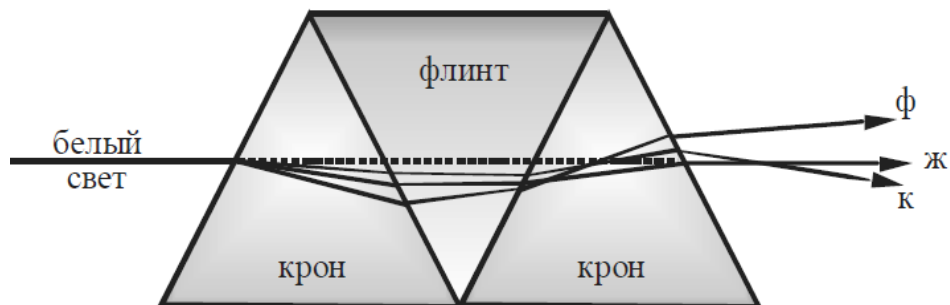


Рис.11. Ход лучей в призме Амичи

Если на пути, выходящего из измерительной призмы пучка цветных лучей, установить призму Амичи так, чтобы ее дисперсия оказалась равной по величине и противоположной по знаку дисперсии измерительной призмы, то суммарная дисперсия будет равна нулю, а пучок цветных лучей соберется в белый луч.

## Описание рефрактометра ИРФ-454 и порядка выполнения измерений

Рефрактометр ИРФ-454Б позволяет исследовать вещества с показателем преломления от 1,2 до 1,7. Измерения проводятся в белом свете. Показатель преломления прозрачных сред определяют в проходящем свете.

На корпусе 1 (рис. 12) установлен рефрактометрический блок 2 и окуляр 3. В левой части корпуса расположено зеркало 4 с крышкой (на рисунке оно не видно).

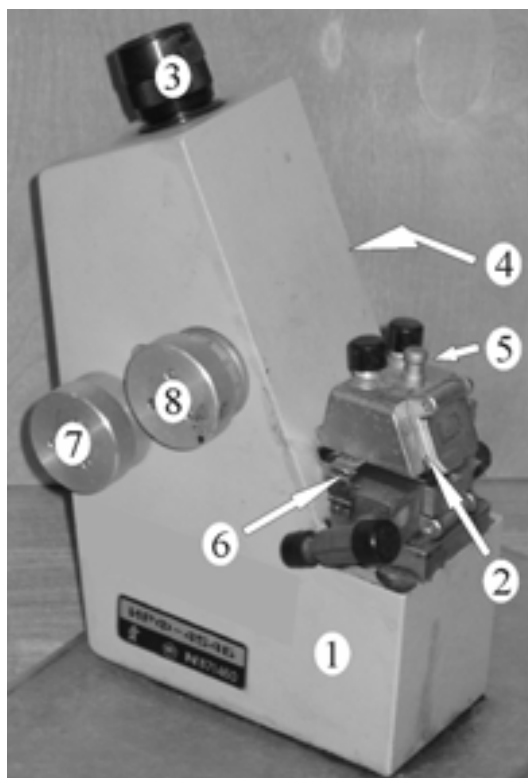


Рис.12. Внешний вид рефрактометра ИРФ-454 Б2М

Рефрактометрический блок состоит из двух частей: верхней и нижней. Нижняя неподвижная часть является измерительной призмой, а верхняя – осветительной призмой. Осветительную призму за ручку 5 можно откинуть на угол  $\sim 100^\circ$ , предварительно сняв крючок 6. Установка окуляра. Откройте крышку зеркала 4 и окно осветительной призмы. Вывинтите окуляр до упора. Затем поворачивайте его по часовой стрелке до тех пор,

пока перекрестие в верхней части освещенного поля зрения не будет видно резко. Одновременно фокусируется на резкость и изображение шкалы.

При измерении показателя преломления жидкостей на чистую полированную поверхность измерительной призмы стеклянной палочкой или пипеткой осторожно, не касаясь призмы, нанесите 2-3 капли жидкости. Опустите осветительную призму и прижмите ее крючком 6. Поворотом зеркала 4, добейтесь максимальной освещенности шкалы. Вращением маховика 7 введите в верхнем поле зрения окуляра границу светотени. Вращайте маховик 8 до исчезновения окраски граничной линии. Наблюдая в окуляр, маховиком 7 наведите границу светотени точно на перекрестие и по нижней шкале снимите отсчет показателя преломления.

В пищевой промышленности метод применим для продуктов переработки плодов и овощей, а именно для густых продуктов, для продуктов, содержащих взвешенные частицы, и для продуктов с большим содержанием сахара. Применительно к продуктам, содержащим другие растворенные вещества помимо сахара, результат испытания, полученный данным методом, представляет собой условную величину, для удобства принимаемую за содержание растворимых сухих веществ.

Показатель преломления анализируемого раствора измеряют при температуре  $(20,0 \pm 0,5)$  °C на рефрактометре. Массовую долю растворимых сухих веществ (в пересчете на сахарозу), соответствующую найденному показателю преломления раствора, находят по таблицам (см. приложение А), или определяют прямым считыванием массовой доли растворимых сухих веществ по шкале рефрактометра.

### **1.6. Порядок выполнения работы**

1. Измерить показатель преломления дистиллированной воды. Его табличное значение равно  $n_{\text{в}} = 1,333$ . Определить поправку к показаниям рефрактометра.

2. Измерить показатель преломления образца. После каждого измерения тщательно удалять жидкость с поверхности призмы фильтровальной бумагой.

3. Проводят пробоподготовку образцов.

Прозрачные жидкие продукты тщательно перемешивают и непосредственно используют ее для определения.

Полугустые продукты (пюре и другие) тщательно перемешивают, отжимают часть пробы через сложенную вчетверо марлю, отбрасывают первые капли, а остаток жидкости используют на определение.

Для густых продуктов (джем, желе и другие) в заранее взвешенный стакан отбирают с точностью до 0,01 г подходящее количество (до 40 г) лабораторной пробы и добавляют от 100 до 150 см<sup>3</sup> воды. Нагревают содержимое стакана до кипения и кипятят в течение 2-3 мин, помешивая стеклянной палочкой. Охлаждают содержимое и тщательно перемешивают.

Сухие продукты режут на мелкие кусочки. Удаляют, при необходимости, косточки, зернышки и твердые стенки семенных камер и тщательно перемешивают. Затем взвешивают от 10 до 20 г анализируемой пробы в ранее взвешенный стакан с точностью до 0,01 г. Добавляют воду в количестве, в 5-10 раз превышающем массу пробы, и помещают на кипящую водяную баню на 30 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой. При необходимости увеличивают время нагревания, пока смесь не станет однородной. Охлаждают содержимое стакана и тщательно перемешивают.

Через 20 мин полученную смесь взвешивают с точностью до 0,01 г, затем фильтруют в сухой сосуд. Фильтрат используют для определения.

Через 20 мин взвешивают анализируемую пробу с точностью до 0,01 г, фильтруют через складчатый фильтр или воронку Бюхнера в сухой сосуд. Фильтрат оставляют для определения.

4. Доводят температуру анализируемого раствора до температуры измерения. Наносят 2-3 капли на неподвижную призму рефрактометра. Следят за тем, чтобы исследуемый продукт равномерно покрыл стеклянную

поверхность, после чего накрывают нижнюю призму верхней призмой. Освещают поле зрения надлежащим способом. Ждут, пока не будет достигнуто температурное равновесие (примерно 30 с), и затем подводят линию, разделяющую темное и светлое поле в окуляре, точно на перекрестье в окошке окуляра и считывают показатель преломления.

Проводят два параллельных определения.

5. Если определение растворимых сухих веществ выполнено при температуре, отличающейся от  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ , то вносят следующие поправки:

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,0013(t - 20),$$

Где  $n_D^{20}$  показатель преломления при  $20 ^\circ\text{C}$ ,  $n_D^t$  – показатель преломления при температуре измерения;  $t$  - температура измерения,  $^\circ\text{C}$ .

6. По таблице в Приложении 3 находят массовую долю растворимых сухих веществ, соответствующую значению показателя преломления. Если испытания проводят с жидким или полугустым продуктом, массовая доля растворимых сухих веществ равна найденному числу. Если определение выполняют с разбавленным раствором, массовую долю растворимых сухих веществ  $X$ , %, вычисляют по формуле:

$$X = a \cdot \left[ 1 + \frac{100 \cdot m_1}{(100 - \varepsilon)m_2} \right]$$

Где  $a$  - массовая доля растворимых сухих веществ в разбавленном растворе, %;

$m_1$  - масса добавленной воды;

$\varepsilon$ - массовая доля растворимых в воде сухих веществ, %;  $\varepsilon = 5,5\%$  - для томатной пасты с массовой долей растворимых сухих веществ 25-30%;  $\varepsilon = 5,0\%$  - для сушеного винограда;  $\varepsilon = 1,8\%$  - для джемов и повидла;  $\varepsilon = 0$  – для темноокрашенных прозрачных жидких продуктов;

$m_2$  – масса навески продукта, г.



### **Задания:**

1. Ознакомится с прибором Рефрактометр ИРФ-454 и провести калибровку по дистиллированной воде.
2. Провести подготовку проб для анализа и провести определение показателя преломления.
3. В соответствии с Приложение 3 определить содержание сухих веществ в исследуемых образцах.
4. Составить отчет о выполненной работе.

### **1.7. Контрольный вопросы:**

1. Принципиальная оптическая схема рефрактометра; назначение отдельных элементов.
2. Ход лучей в призмах рефрактометра в проходящем и в отраженном свете.
3. Какова роль зрительной трубы в формировании изображения границы света и тени?
4. Сформулируйте цель работы, опишите экспериментальную часть и обсудите результаты.
5. Что такое призма Амичи?
6. В чем состоит пробоподготовка густых проб для рефрактометрии?
7. Как подготавливают сухие пищевые продукты для рефрактометрии?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №8

### Методы и приборы для измерения структурно-механических свойств пищевых продуктов

**1.1. Цель работы:** Ознакомиться с основными структурно-механическими свойствами пищевых систем, методами и приборами их определения.

**1.2. Материальное обеспечение:** вискозиметр SV-100

**1.3. Объекты исследования:** пищевые продукты с различной вязкостью и пластичностью

#### **1.4. Основные теоретические сведения**

Структурно-механические свойства (СМС) проявляются при подводе механической энергии к обрабатываемому продукту и характеризуют его сопротивляемость приложенным извне механическим воздействиям. Эта группа физических свойств дает наиболее полное представление о некоторых существенных аспектах качества продукта. СМС часто предопределяют поведение продуктов в самых разнообразных процессах и энергетических полях, являются внешним выражением внутренней сущности объектов, т. е. характеризуют агрегатное состояние, дисперсность, строение структуры и вид взаимодействия внутри продукта. СМС не являются "чистыми" константами, а существенно зависят от формы и размеров продукта, температуры, структуры и множества других факторов.

Вязкость является наиболее важной величиной, определяющей различное состояние вещества. Вязкость (внутреннее трение) характеризует сопротивление, оказываемое при перемещении одних слоев относительно других. Вязкость – показатель качества многих пищевых продуктов (мед, растительное масло, сироп, майонез и др.). Она играет также важную роль при производстве многих продуктов, так как активно влияет на технологические процессы – перемешивание, фильтрование, нагревание, экстрагирование и др. Вязкость характеризуется коэффициентом динамической вязкости ( $\text{Па} \cdot \text{с}$ ) и коэффициентом кинематической вязкости.

Значения динамических и кинематических коэффициентов вязкости для каждого продукта индивидуальны и зависят от температуры, давления, влажности или жирности, концентрации сухих веществ. Вязкость пищевых продуктов уменьшается при повышении влажности, температуры, жирности и возрастает с увеличением концентрации растворов, степени их дисперсности. Величина, обратная вязкости, называется текучестью. Не менее важными структурно-механическими свойствами являются пластичность, прочность, упругость, эластичность и др.

**Пластичность** – способность продукта к формоизменению или течению, вызываемым остаточными или необратимыми деформациями.

**Прочность** – способность продукта сопротивляться формоизменению под действием внешних сил. Это один из показателей качества макаронных изделий, сахара-рафинада.

**Упругость** – способность продуктов мгновенно восстанавливать первоначальную форму или объем после прекращения действия сил.

**Эластичность** – способность продуктов постепенно восстанавливать форму или объем после прекращения действия сил.

**Напряжение сдвига** – сопротивление продукта действию касательной составляющей приложенной силы. Оно равно отношению этой силы к поверхности сдвига. Минимальная сила, необходимая для осуществления сдвига (перемещение слоев на площади сдвига), определяется величиной предельного напряжения сдвига.

Релаксацией напряжения называется его уменьшение при постоянной фиксированной деформации тела. Релаксация протекает во времени. Под периодом релаксации понимают время, в течение которого напряжение при постоянной деформации падает в  $e$  раз ( $e$  – основание натурального логарифма).

**Период релаксации** – это важнейший критерий при формировании хлебобулочных, макаронных и кондитерских изделий. Например, при нанесении штампом какого-либо рисунка на тесто он будет сохранен, а не

затянется, при условии, что продолжительность воздействия штампа будет не меньше периода релаксации.

**Ползучесть** – свойство продукта непрерывно деформироваться под воздействием постоянной нагрузки.

**Тиксотропия** – способность некоторых дисперсных систем самопроизвольно восстанавливать структуру, разрушенную механическим воздействием. Она наблюдается при осадке колбасных изделий, при расстойке теста, при выпечке хлебобулочных изделий.

Под **адгезией** (липкостью) понимают силу прилипания, которая возникает при контакте поверхностей различных по структуре материалов.

**Твердость** – способность материала сопротивляться внедрению в него другого более твердого тела. Твердость определяют при оценке качества плодов, овощей, зерна, сахара.

#### **Методы и приборы для измерения сдвиговых характеристик**

Сдвиговые свойства проявляются, как известно, при касательном смещении слоев продукта. Приборы для измерения сдвиговых свойств по принципу действия подразделяют на следующие группы: ротационные и капиллярные вискозиметры, пенетрометры, приборы с плоскопараллельным смещением пластин и др.

**Ротационные вискозиметры.** Наибольшее распространение в пищевой промышленности получили коаксиальноцилиндрические комбинированные поверхности для измерения характеристик вязких и пластично-вязких продуктов (мясной фарш, тесто, конфетные массы, помады и др.). На рис. 13 представлены схемы ротационных вискозиметров, рабочий орган которых комбинирован: цилиндр-полусфера (а) или цилиндрконус-диск (б).

Между рабочими поверхностями находится исследуемый продукт, сила сопротивления внутри которого при вращении одной из поверхностей измеряется. Известны два основных принципа действия приборов с коаксиальными Цилиндрами.

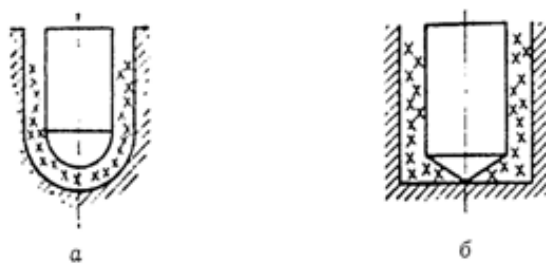


Рис. 13. Принципиальная схема ротационного вискозиметра:  
а – цилиндр-полусфера, б – цилиндр-конус-диск

В первом случае испытуемое вещество помещается в цилиндр, приводимый в равномерное вращательное движение. Подвешенный на упругой нити второй цилиндр находится коаксиально с первым. Вязкость вычисляется по величине скорости вращения первого цилиндра и по углу поворота второго. Во втором варианте внешний цилиндр неподвижен, внутренний крепится на оси, вмонтированной для уменьшения трения в шариковых подшипниках, и приводится во вращение с помощью падающего груза. Экспериментально получают зависимость крутящих моментов от угловой скорости вращения измерительной поверхности.

Капиллярные вискозиметры. Эти приборы используются для определения вязкости бульона, топленых жиров, крови, растительных масел. Наибольшее распространение и применение получили вискозиметры Оствальда, Убеллоде (рис. 14).

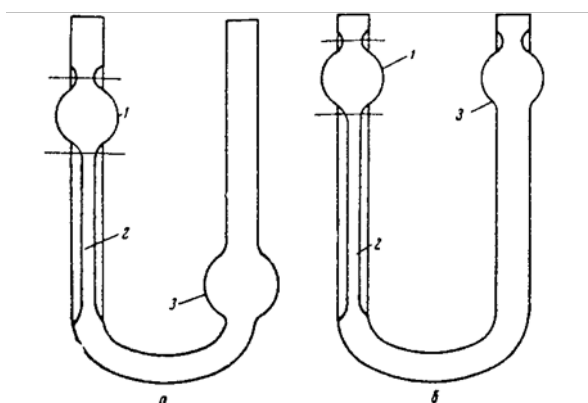


Рис. 14. Капиллярные вискозиметры:  
а – вискозиметр Оствальда, б – вискозиметр Убеллоде; 1- емкость для измерения количества жидкости, протекающей через капилляр; 2 – капилляр; 3 – емкость для сбора жидкости

**Капиллярные вискозиметры** представляют собой U-образные трубки, в одно из колен которых помещен капилляр. В приборе Убеллоде для истечения жидкости необходимо в одном из колен принудительно создавать давление или вакуум, в то время как в приборе Оствальда перетекание жидкости из одного колена в другое происходит за счет гидростатического давления. Вискозиметр Оствальда используют как относительный прибор.

**Пенетрометры.** Принцип действия пенетрометров заключается в том, что прибор автоматически измеряет степень пенетрации, т. е. выраженное в 0,1 мм расстояние, на которое индентор (игла или конус) проникает в испытуемый материал перпендикулярно его поверхности при температуре 20°C в течение 5 с.

**Приборы с плоскопараллельным смещением пластин.** Эти приборы служат для определения сдвиговых характеристик в области практически не разрушенных структур при малых величинах деформаций. С помощью этих приборов можно исследовать вязкость, упругость, период релаксации. Метод смещения пластин используется в конструкции приборов со смещением верхней пластины, когда исследуемый материал находится между двумя пластинами (рис. 15). Имеются также приборы со смещением пластины, погруженной в исследуемую среду.

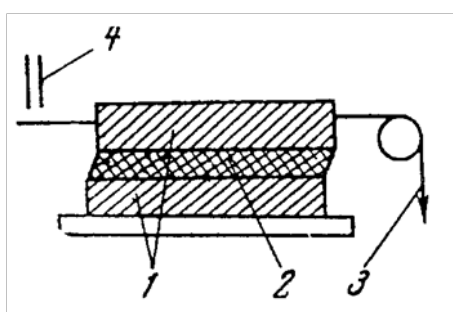


Рис. 15. Схема прибора со смещением верхней пластины:  
1 – пластины; 2 – продукт; 3 – нить с грузом; 4 – линейка с микроскопом

### **Методы и приборы для определения объемных свойств**

В тех случаях, когда исследуемый материал обладает высокой вязкостью и значительной неоднородностью структуры, целесообразно

определять его СМС по деформации растяжения или сжатия. Наряду со сдвигом объемное или осевое сжатие, а также осевое растяжение являются основными типами механической деформации продуктов. Принципиальные схемы приборов для измерения объемных (компрессионных) характеристик и способы их измерения показаны на рис. 16.

На указанных приборах можно определить упругую деформацию, модуль упругости сжатия, а также вязкость и предельное напряжение сдвига материала. Деформация реализуется под действием постоянных грузов, либо при постоянной скорости движения пластины от электропривода.

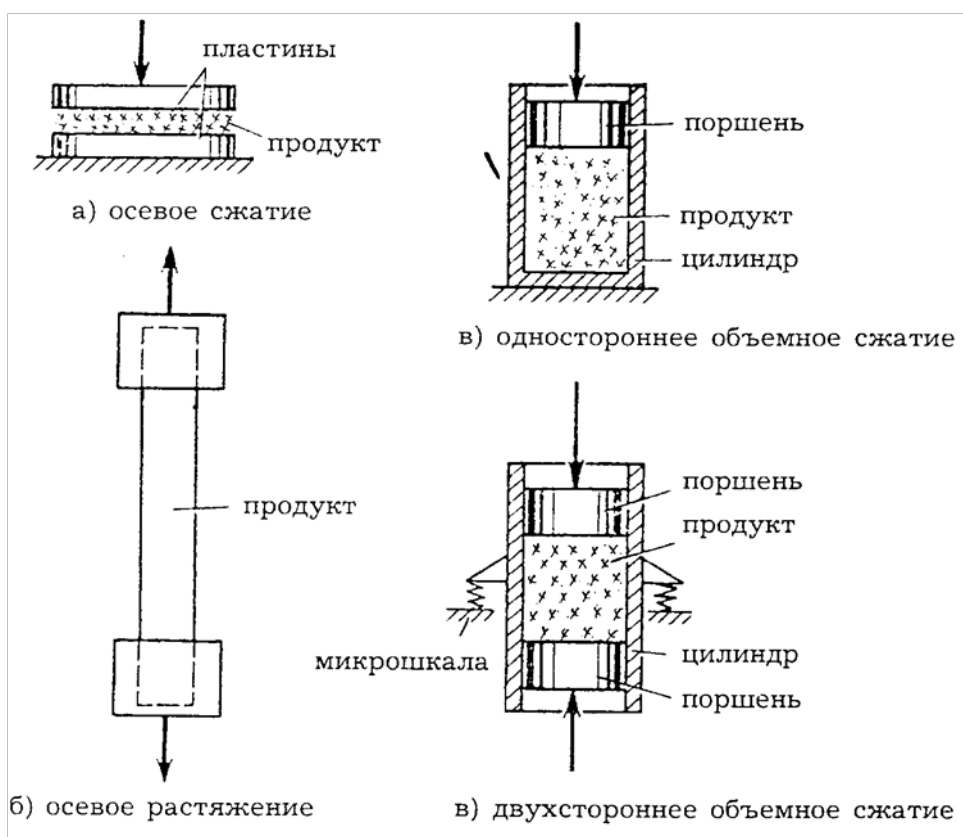


Рис. 16. Схема приборов для измерения объемных свойств

#### 1.4 Ход работы:

Вибровискозиметр SV-100 предназначены для измерения динамической вязкости различных жидких сред в реальном масштабе времени. Область применения – химическая, нефтеперерабатывающая, пищевая, фармацевтическая, парфюмерная и другие отрасли промышленности, а также научные исследования. Внешний вид и

комплектация вискозиметра представлены на рисунке 17, обозначение символов на дисплей – рис. 18.

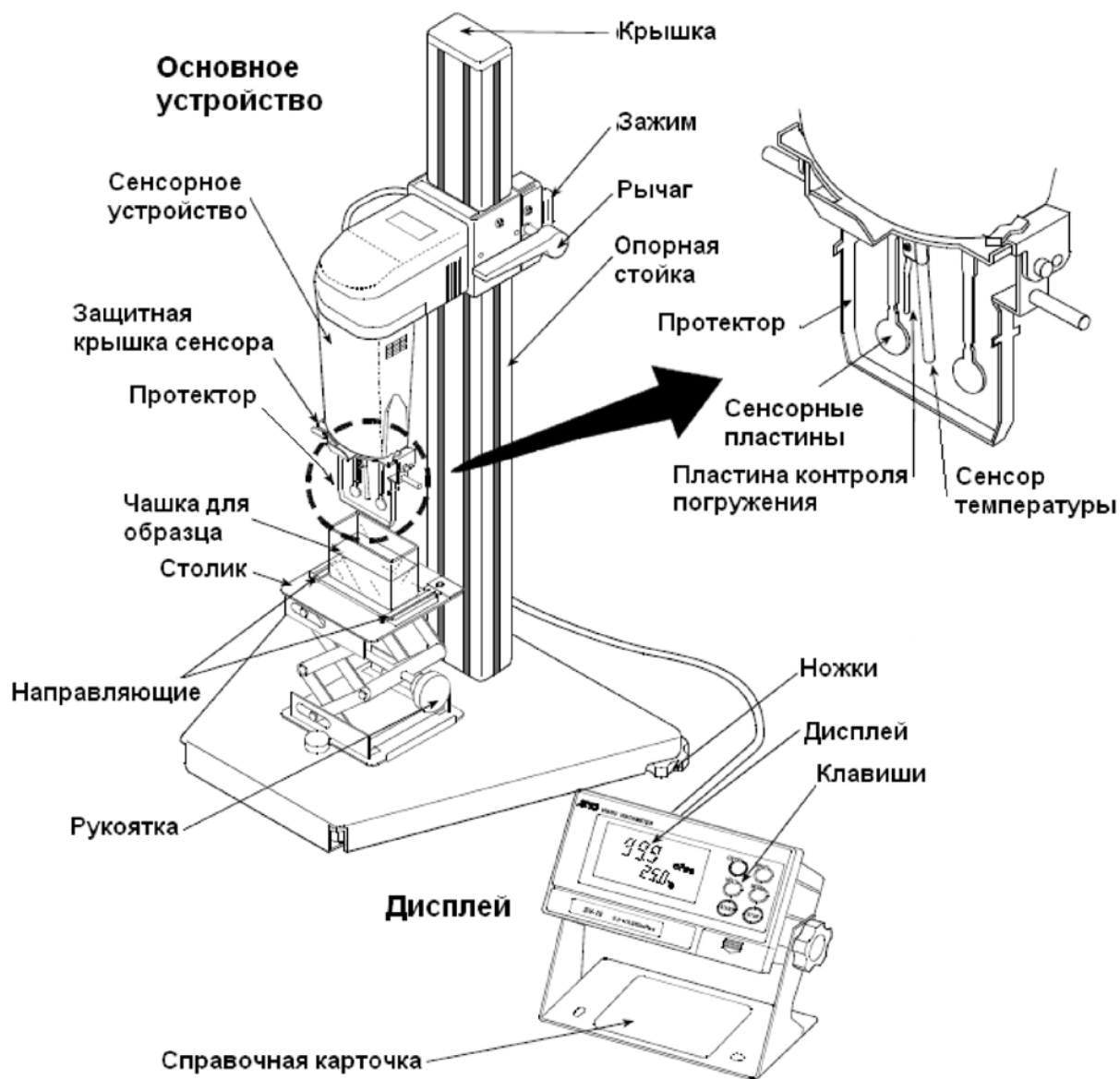


Рис. 17. Внешний вид вискозиметра SV-100



Рис.18. Дисплей вискозиметра SV-100



### **Требования при работе с вискозиметром.**

- Для выравнивания уровня поверхности образца установите регулировочные ножки таким образом, чтобы центр узкой части правой и левой сенсорных пластин находился на поверхности жидкости.

- Вязкость жидкостей зависит от температуры и изменяется на величину от -2 до -10% на 1°C. Для получения точных результатов учитывайте температуру жидкости.

- Перед началом измерений откалибруйте прибор с использованием стандартной калибровочной жидкости.

- Не нажимайте на клавиши острыми предметами, например, карандашами.

- Чашка для образцов изготовлена из поликарбоната и не может использоваться для органических растворителей.

- Если в качестве образца жидкости используется органический растворитель, вместо чашки для образцов используйте лабораторный стакан.

- Протектор можно поднять. Поэтому, даже если используется лабораторный стакан, можно измерить вязкость с небольшим количеством образца.

- С помощью растворителя удалите остатки образца с сенсорных пластин, сенсора температуры и протектора. Использование сенсорных пластин, сенсора температуры и протектора с остатками старого образца вызовет ошибку измерений. Очищайте сенсорные пластины аккуратно, не допуская их сгибания. Удерживайте сенсорную пластину бумажной салфеткой. Перемещайте салфетку вниз для удаления образца. Затем, с помощью салфетки, смоченной в растворителе, удалите остатки образца.

### **Измерение:**

1. Налейте образец в чашку таким образом, чтобы уровень поверхности образца находился между уровнемерами. Они располагаются на высоте, соответствующей 35 и 45 мл. Установите чашку на столике по

направляющим. Убедитесь, что протектор опущен. Поднимите рычаг, чтобы освободить сенсорные пластины. Сожмите зажимы, поддержите спереди сенсорное устройство и осторожно опустите сенсорные пластины над поверхностью образца. Опустите рычаг для закрепления сенсорных пластин. Поверните рукоятку таким образом, чтобы уровень поверхности образца находился в центре узкой части сенсорных пластин. Уровень поверхности образца должен находиться в центре узкой части сенсорных пластин. В противном случае возможна ошибка измерений.

2. При выключенном питании нажмите клавишу «ON:OFF». Когда дисплей находится в режиме ожидания, нажмите клавишу «START». Приблизительно через 15 секунд на дисплей выводятся результаты измерения.

3. В случае необходимости нажмите клавишу «HOLD», чтобы на время заморозить показания дисплея. Для выхода из режима удержания данных повторно нажмите на клавишу «HOLD».

4. Для прекращения измерений нажмите клавишу «STOP». Результаты измерений останутся на дисплее. Для перехода к следующему измерению установите образец и нажмите клавишу «START».

5. Для получения значения динамической вязкости ( $\eta$ ) разделите значение вязкости, выведенное на дисплей ( $\eta_D$ ), на величину плотности образца ( $\rho$ ).

**Пример:** Измерьте образец и считайте с дисплея значение вязкости ( $\eta_D$ ). В данном примере: 736 мПа·с \* г/см<sup>3</sup>. На дисплее значение размерности мПа·с нужно читать как мПа·с \* г/см<sup>3</sup>. Рассчитайте плотность образца ( $\rho$ ), соответствующую температуре, при которой проводились измерения. В данном примере: 0.856 г/см<sup>3</sup>. Для получения динамического значения вязкости ( $\eta$ ) поделите значение вязкости ( $\eta_D$ ) на расчетное значение плотности ( $\rho$ ). В данном примере значение вязкости составляет 860 мПа·с.

$$\eta = \frac{\eta_D}{\rho}$$

**Задание 1.** Ознакомиться со структурно-механическими свойствами пищевых систем и их проявлением в разных пищевых продуктах.

**Задание 2.** Изучить классификацию методов и приборов для измерения структурно-механических свойств продовольственных товаров. Зарисовать схемы приборов и изучить принцип работы.

**Задание 3.** Выполнить измерение вязкости пищевых продуктов на вискозиметре SV-100.

**Контрольные вопросы:**

1. Что такое вязкость?
2. Какие структурно-механические свойства вы знаете?
3. Что такое период релаксации?
5. Что такое тиксотропия?
6. Назовите приборы для измерения реологических свойств пищевых продуктов?
7. Объясните принцип работы ротационного вискозиметра.
8. Объясните принцип работы капиллярного вискозиметра.
9. В чем суть работы прибора со смещением пластин?
10. Из чего состоит вискозиметр SV-100?

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 9

### Приборы и методы определения активной кислотности (рН) продовольственных товаров

#### 1.1 Цель работы:

- изучить полуколичественный метод определения нитритов с помощью индикаторной бумаги
- изучение прибора для определения кислотности воды (рН-метра) и принципа действия прибора;
- ознакомиться с приготовлением буферных эталонных растворов;
- обучение методам калибровки прибора и измерения рН неизвестного раствора.

**1.2. Материальное обеспечение:** прибор рН-метр рН-150МИ, вода дистиллированная, кислота лимонная, бумага фильтровальная, весы аналитические, индикаторная бумага, стандартные буферные растворы, магнитная мешалка.

**1.3. Нормативные документы:** ГОСТ Р 51478-99 (ИСО 2917-74) Мясо и мясные продукты. Контрольный метод определения концентрации водородных ионов (рН), ГОСТ 26188-84 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Метод определения рН (с Изменением N 1)

#### 1.4. Основные теоретические данные

Сырье, полуфабрикаты и готовые изделия пищевой промышленности, как правило, имеют кислую реакцию. В каждой среде различают истинную (активную) и общую (титруемую) кислотность. Истинная кислотность — это концентрация ионов водорода, характеризующаяся величиной рН. Если рН больше 7, среда имеет щелочную реакцию; при рН меньше 7 реакция среды кислая. Общая кислотность характеризуется суммарным содержанием кислот и кислотореагирующих веществ как распавшихся на ионы, так и недиссоциированных. Общая кислотность пищевых продуктов выражается в

различных единицах. Для большинства продуктов принято выражать ее числом миллилитров 1 н. или 0,1 н. раствора щелочи, пошедшим на нейтрализацию 100 г воздушно-сухого или абсолютно сухого продукта.

### Принцип работы прибора рН-метр рН-150МИ

рН-метр рН-150МИ предназначен для измерения показателя активности ионов водорода (рН), окислительно-восстановительного потенциала (Еh) и температуры водных растворов и непосредственного измерения рН мяса и мясопродуктов. Измерение рН, Еh и температуры осуществляется с помощью первичных измерительных преобразователей - измерительного электрода, электрода сравнения и термодатчика и вторичного измерительного преобразователя.

рН-метр является портативным прибором с сетевым и автономным питанием и может быть применен в лабораториях предприятий и научно-исследовательских учреждений различных отраслей промышленности, а также для оперативных измерений на предприятиях пищевой промышленности.

Диапазоны измерения и цена наименьшего разряда цифрового отсчетного устройства (дискретность) преобразователя соответствуют значениям, указанным в таблице 9.

Таблица 9

Диапазоны измерений рН-метра

Измеряемая величина (условное обозначение режима измерения)	Единица измерения	Диапазон измерения	Дискретность
Показатель активности ионов водорода (режим рН)	-	от минус 1,00 до плюс 14,00	0,01
Окислительно-восстановительный потенциал или электродвижущая сила (ЭДС) электрохимических ячеек (режим т\√)	мВ	от минус 2000 до плюс 2000	1
Температура анализируемой среды (режим 1)	°С	от минус 10 до плюс 100	1

В основу работы положен потенциометрический метод измерения рН и Еh контролируемого раствора. При измерении рН (или Еh) растворов

используется первичный измерительный преобразователь - электродная система, состоящая из измерительного электрода и электрода сравнения. Эти электроды могут представлять собой как отдельные устройства, так и быть объединены в одном корпусе (комбинированный электрод).

Электродная система, погруженная в анализируемый раствор, развивает электродвижущую силу (ЭДС), пропорциональную показателю активности ионов водорода (рН) или соотношению концентраций окисленной и восстановленной форм редокс-системы.

ЭДС электродной системы зависит также от температуры анализируемого раствора. Для измерения температуры и учета ее влияния на электродную систему (термокомпенсации) используется первичный преобразователь - датчик температуры, построенный на основе терморезистора (далее – термодатчик).

Для электродных систем, применяемых для определения рН растворов, существует точка (значение рН) в которой их ЭДС не зависит от температуры. Эта точка носит название изопотенциальной, а соответствующие ей значения «рХ<sub>i</sub>» и «Е<sub>i</sub>» называются координатами изопотенциальной точки. На основе измеренной величины ЭДС вторичный преобразователь (далее – преобразователь) осуществляет расчет значения рН по следующей формуле:

$$pH = pX_i - (E - E_i) / K_s \cdot (54,1 + 0,198 t),$$

где E – измеренная ЭДС электродной системы, мВ;

pX<sub>i</sub> – координата изопотенциальной точки электродной системы;

K<sub>s</sub> - доля, которую составляет реальная крутизна электродной характеристики от теоретического значения, равного (54,1 + 0,198 t);

t – температура раствора, измеренная при помощи термодатчика или введенная вручную, °С.

Значение рН выводится на дисплей преобразователя. Кроме этого на дисплей могут выводиться результаты измерения ЭДС электродной пары и температуры среды в единицах мВ и °С соответственно.

## Конструкция прибора

Прибор представляет собой комплект, включающий преобразователь, блок сетевого питания, термодатчик и комбинированный электрод (или набор из измерительного электрода и электрода сравнения).

Для работы в стационарных условиях в комплект поставки входит разборный штатив с держателем электродов. Комбинированный электрод имеет стеклянный корпус диаметром 12 мм. В нижней его части установлена рабочая мембрана, чувствительная к ионам водорода, представляющая собой шарик из специального стекла. Над шариком впаяна пористая керамика, обеспечивающая электролитический контакт между электролитом, залитым в электрод, и анализируемым раствором. Верхняя часть электрода заканчивается втулкой, из которой выходит кабель с разъемом для подключения к преобразователю.

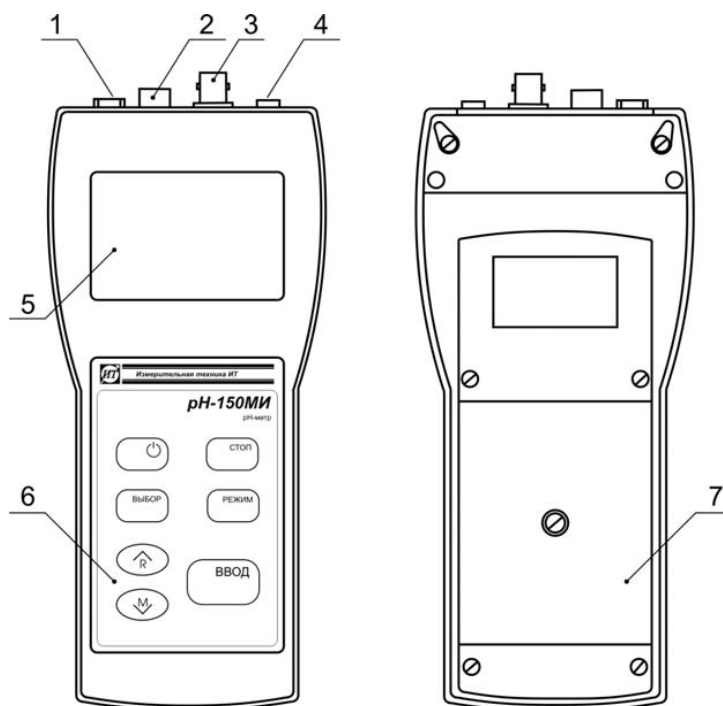


Рис. 19. Преобразователь рН-150МИ:

1 – гнездо «6V...14V» - для подключения блока сетевого питания; 2 – разъем «СРАВН.» - для подключения электрода сравнения; 3 – разъем «ИЗМ.» - для подключения комбинированного или измерительного электрода; 4 – разъем «ТД» - для подключения датчика температуры; 5 – жидкокристаллический дисплей; 6 – панель управления; 7 – крышка отсека элементов батареи автономного источника питания.

Термодатчик представляет собой пустотелый стержень, изготовленный из нержавеющей стали, внутри которого установлен термоэлемент. Из верхней части датчика выходит кабель с разъемом для подключения к преобразователю.

При работе датчик устанавливается на штатив вместе с электродной системой и погружается в анализируемый раствор на глубину не менее 30 мм. Конструктивно преобразователь выполнен в пластмассовом корпусе (рис. 19).

На лицевой панели расположены жидкокристаллический дисплей и панель управления. Разъемы для подключения внешних электрических соединений расположены с торца преобразователя в верхней его части.

Расположение знаков и цифровых полей на жидкокристаллическом дисплее показано на рисунке 20. В процессе управления прибором может быть изменена (отредактирована) та цифра или знак, которая мигает в текущий момент на дисплее.



**Рис.20. Многофункциональный дисплей:**

1– символы обозначений параметров электродной системы; 2 – основное цифровое поле измеряемых величин; 3 – знак автоматической диагностики прибора; 4 – символы единиц измерения; 5 – знак разряда батареи питания; 6 – знак извлечения из памяти; 7 – знак ручного ввода значения температуры; 8 – вспомогательное цифровое поле температуры раствора; 9 – знак записи в память; 10 – символ номера ячейки памяти; 11 – знаки номера градуировочного раствора; 12 – поле режимов работы.



## 1.5. Порядок выполнения работы

**Включение прибора.** Для включения прибора нажать кнопку включения прибора и удерживать ее в течение 1-2 секунд. При включении на дисплее кратковременно высвечивается номер версии программного обеспечения прибора, например «v1.09», после чего прибор переходит в режим измерений в тех единицах, которые были установлены при предыдущем его выключении. В поле режимов работы на дисплее высвечивается знак «ИЗМЕРЕНИЕ». На основном цифровом поле дисплея отображаются результаты текущего измерения.

На панели управления расположены семь кнопок, служащих для управления прибором.



Включение/выключение прибора.



Временная остановка процесса измерения с удержанием на дисплее текущего результата.



Выбор режима работы прибора.



Выбор единиц измерения в режиме измерения.  
Выбор разряда изменяемого числа или знака при редактировании (изменении) числовых значений.



Подтверждение ввода данных, выбранного режима, знака или числового значения.



Увеличение числа или изменение знака при редактировании числовых значений.

Извлечение содержимого ячеек блокнота на дисплей.



Уменьшение числа или изменение знака при редактировании числовых значений.

Перевод прибора в состояние готовности к сохранению результата измерения в выбранной ячейке блокнота.

## Проведение измерений

После включения прибора автоматически устанавливается режим «ИЗМЕРЕНИЕ». При необходимости кнопкой ВЫБОР следует установить режим измерений «рН». При этом в правой части дисплея высвечивается символ «рН».

Промыть электроды и другие применяемые устройства (например, термодатчик или термометр) дистиллированной водой, осушить их фильтровальной бумагой и погрузить в анализируемый раствор. При использовании термодатчика глубина его погружения в анализируемый раствор должна быть не менее 30 мм.

После установления стабильных показаний считать результат измерения с дисплея.

Обычно время установления показаний не превышает 3 мин с момента погружения датчиков в анализируемую среду. Однако при измерении рН сильноокислых и сильнощелочных растворов, а также при температурах, близких к 0 °С время установления показаний может достигать 10 мин.

### Задание 1.

Изучить ГОСТ 26188-84 и особенности пробоподготовки различных пищевых продуктов.

**Задание 2.** Провести замеры рН предложенных образцов продукции, результаты оформить в виде отчета.

### 1.6. Контрольный вопросы

1. Объясните принцип работы рН-метра.
2. Что такое рН и Eh?
3. Что такое изопотенциальная точка и как она определяется?
4. От чего зависит электродвижущая сила раствора?
5. Для чего нужна калибровка рН-метра?
6. Что такое истинная кислотность?

**Задание для лабораторной работы №2**

№ варианта	Значение показателей	№ варианта	Значение показателей
1	5,67; 5,58; 5,59; 5,59; 5,52; 5,55	12	65,02; 66,35; 66,26; 65,98; 68,25; 64,58
2	23,15; 23,10; 23,17; 23,17; 24,25; 23,13	13	7,69; 7,64; 7,65; 8,25; 7,92; 7,25
3	15,27; 15,29; 14,75; 15,89; 15,31; 15,34	14	8,64; 8,26; 8,26; 8,97; 9,57; 9,15
4	85,01; 84,05; 84,23; 89,2; 85,99; 86,66	15	24,02; 24,68; 25,87; 25,02; 27,35; 24,21
5	23,45; 24,15; 23,35; 23,78; 23,25; 25,01	16	57,25; 57,98; 59,02; 58,69; 62,03; 58,69
6	7,15; 7,16; 7,14; 7,14; 8,15; 7,25; 7,31	17	25,59; 26,01; 28,01; 26,57; 26,21; 26,98
7	17,67; 17,68; 17,21; 17,56; 18,01; 17,34	18	10,87; 11,01; 11,01; 13,45; 10,98; 11,65
8	26,12; 27,12; 25,15; 25,35; 26,86; 25,96	19	57,02; 58,65; 57,98; 62,03; 58,64; 58,21
9	56,14; 55,12; 55,98; 57,12; 55,96; 58,65	20	45,02; 45,68; 45,02; 45,36; 47,32; 45,12
10	12,58; 12,89; 13,45; 12,12; 11,45; 11,89	21	12,58; 12,57; 14,02; 12,55; 12,35; 12,37
11	17,15; 17,15; 17,98; 19,02; 18,34; 17,56	22	35,48; 36,65; 35,01; 37,05; 35,58; 34,02

*Приложение 2*

**Некоторые значения коэффициентов Стьюдента  $t_{p,f}$  для расчета границ доверительного интервала при доверительной вероятности  $P$ , объеме выборки  $n$ , числе степеней свободы  $f = n-1$**

n	f	Значение $t_{p,f}$ при доверительной вероятности		
		P= 0,95	P = 0,99	P = 0,999
2	1	12,71	63,66	636,62
3	2	4,30	9,93	31,60
4	3	3,18	5,84	12,94
5	4	2,78	4,60	8,61
6	5	2,57	4,03	6,86
7	6	2,45	3,71	5,96
8	7	2,37	3,50	5,41
9	8	2,31	3,36	5,04
10	9	2,26	3,25	4,78
11	10	2,23	3,17	4,59
12	11	2,20	3,11	4,44
13	12	2,18	3,06	4,32
14	13	2,16	3,01	4,22
15	14	2,15	2,98	4,14
16	15	2,13	2,96	4,07
17	16	2,12	2,92	4,02
18	17	2,11	2,90	3,97
19	18	2,10	2,88	3,92
20	19	2,09	2,86	3,88
30	29	2,05	2,76	3,66
121	120	1,98	2,62	3,37
$\infty$	$\infty$	1,98	2,58	3,29

**Приложение 3**

**Показатель преломления, соответствующий массовой доле сухих растворимых веществ по сахарозе (ГОСТ ИСО 2173-2013)**

Показатель преломления	Массовая доля растворимых сухих веществ, %	Показатель преломления	Массовая доля растворимых сухих веществ, %	Показатель преломления	Массовая доля растворимых сухих веществ, %
1,333 0	0	1,377 5	28	1,433 0	56
1,334 4	1	1,379 3	29	1,435 2	57
1,335 9	2	1,381 1	30	1,437 4	58
1,337 3	3	1,382 9	31	1,439 7	59
1,338 8	4	1,384 7	32	1,441 9	60
1,340 3	5	1,386 5	33	1,444 2	61
1,341 8	6	1,388 3	34	1,451 1	64
1,343 3	7	1,390 2	35	1,453 5	65
1,344 8	8	1,392 0	36	1,455 8	66
1,346 3	9	1,393 9	37	1,458 2	67
1,347 8	10	1,395 8	38	1,460 6	68
1,349 4	11	1,397 8	39	1,463 0	69
1,350 9	12	1,399 7	40	1,465 4	70
1,352 5	13	1,401 6	41	1,467 9	71
1,354 1	14	1,403 6	42	1,470 3	72
1,355 7	15	1,405 6	43	1,472 8	73
1,357 3	16	1,407 6	44	1,475 3	74
1,358 9	17	1,409 6	45	1,477 8	75
1,360 5	18	1,411 7	46	1,480 3	76
1,362 2	19	1,413 7	47	1,482 9	77
1,363 8	20	1,415 8	48	1,485 4	78
1,365 5	21	1,417 9	49	1,488 0	79
1,367 2	22	1,420 1	50	1,490 6	80
1,368 9	23	1,422 2	51	1,493 3	81
1,370 6	24	1,424 3	52	1,495 9	82
1,372 3	25	1,426 5	53	1,498 5	83
1,374 0	26	1,428 6	54	1,501 2	84
1,375 8	27	1,430 8	55	1,503 9	85

*Учебное издание*

**Дунченко Нина Ивановна**  
**Волошина Елена Сергеевна**  
**Купцова Светлана Вячеславовна**  
**Михайлова Кермен Владимировна**

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ  
ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА  
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ И  
ПРОДОВОЛЬСТВИЯ**

*Практикум*

**ISBN 978-5-94009-171-4**



Издательство ООО «Франтера»  
ОГР № 1067746281514 от 15.02.2006г.  
Москва, ул. Верейская, д.29, стр.35

**ISBN 978-5-94009-171-4**

Отпечатано в типографии ООО «Франтера»  
Подписано к печати 04.20.2020г.  
Формат 60x84/16. Бумага «Офсетная №1» 80г/м<sup>2</sup>.  
Печать трафаретная. Усл.печ.л. 4,88. Тираж 50. Заказ 792.

**WWW.FRANTERA.COM**