Міністерство освіти і науки України
Чернівецький національний університет
імені Юрія Федьковича

ОЦІНКА БЕЗПЕКИ І ЯКОСТІ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

Методичні рекомендації до лабораторних робіт

Чернівці
Чернівецький національний університет
імені Юрія Федьковича
2024

УДК 664:543(076.5)
О 932

Друкується за ухвалою вченої ради
Навчально-наукового інституту біології, хімії та біоресурсів
Чернівецького національного університету імені Юрія Федьковича

О 932 Оцінка безпеки і якості харчових продуктів : методичні рекомендації до лабораторних робіт / уклад. : Сема О.В., Сачко А.В. Чернівці : Чернівец. нац. ун-т ім. Ю. Федьковича, 2024. 32 с.

Методичні рекомендації містять вказівки до лабораторних робіт, запланованих із курсу «Оцінка безпеки і якості харчових продуктів», зокрема подані методики сучасних методів моніторингу контамінантів, які можуть бути у продовольчій сировині та готовій продукції, і отже негативно впливають на здоров’я населення.

Для студентів спеціальності 181 Харчові технології денної та заочної форм навчання.

УДК 664:543(076.5)

© Чернівецький національний університет
імені Юрія Федьковича, 2024

ВСТУП

Сучасні умови розвитку промисловості, активна урбанізація та хімізація сільського господарства створюють нові виклики для якості та безпеки харчових продуктів. Поява в продовольчій сировині та готовій продукції чужорідних речовин має негативний вплив на здоров'я населення.

Оцінка безпеки та якості харчової продукції − елемент для підтримки здоров'я нації, розвитку економіки та екологічної стабільності. Це процес, який має на меті забезпечити споживачів безпечними, якісними та корисними продуктами. Її проведення зумовлене такими головними причинами:

1. **Захист здоров'я споживачів**. Харчові продукти можуть містити шкідливі речовини, такі як: токсичні хімікати (пестициди, важкі метали, нітрати, нітрити), мікроорганізми (бактерії, віруси, паразити); алергени. Оцінка безпечності допомагає запобігти ризикам, які призводять до харчових отруєнь, інфекцій або хронічних захворювань.
2. **Дотримання нормативних вимог.** Законодавство в багатьох країнах пропонує стандарти щодо безпечності та якості харчових продуктів. В Україні діє закон Про якість та безпеку харчових продуктів та продовольчої сировини.
3. **Захист інтересів споживачів.** Перевірка якості продукції дає змогу уникнути обману споживачів, наприклад: невідповідність заявленим характеристикам; використання низькоякісних інгредієнтів, що може бути погіршенням довіри до виробників.
4. **Підвищення конкурентоспроможності.** Якісні та безпечні продукти мають ліпший попит на ринку. Сертифікація якості − додатковий аргумент на видачу вибору продукції конкретного виробника.

Тому впровадження сучасних методів моніторингу контамінантів, а також дотримання санітарно-гігієнічних норм на всіх етапах виробництва − запорука попередження негативного впливу шкідливих речовин і створення безпечного продовольчого середовища.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 1
Визначення вмісту нітратів у рослинній сировині та продукції фотометричним методом

Мета роботи: визначення концентрації нітратів у пробі рослинного походження з використанням саліцилату натрію.

Обладнання та реактиви: фотоелектроколориметр КФК–2, колби мірні, циліндр, бюретка, чаша фарфорова.

Розчини: стандартний розчин нітрат-іонів, 0,01 мг/мл; розчин тартрату калію-натрію (сегнетової солі) з масовою концентрацією 300 г/л; розчин саліцилату натрію з масовою концентрацією 5 г/л; розчин гідроксиду натрію з масовою концентрацією 400 г/л.

При визначенні концентрації речовини в розчині за допомогою калібрувального графіка необхідно дотримуватися такої послідовності дій: вибрати світлофільтр та кювети; побудувати калібрувальну криву; виміряти оптичну густину досліджуваного розчину і визначити його концентрацію, використовуючи градуювальну криву.

Проведення аналізу починають із вибору світлофільтра

Якщо спектральні характеристики забарвленої речовини невідомі, світлофільтр для роботи можна вибрати самостійно. У видимій частині спектра видимий колір є результатом виборчого поглинання певної ділянки спектра білого світла. Колір розчину додатковий до кольору поглинання випромінювання, тому вимір поглинання варто проводити в додатковій для кольорової реакції області спектру. Так, якщо розчин забарвлений у синьо-зелений колір, то потрібно вимірювати поглинання цим розчином червоного кольору (табл. 1).

Таблиця 1

Вибір світлофільтра при певних довжинах хвиль поглинання

Інтервал довжин хвиль поглинання вимірювання, нм	Колір поглинаємого випромінювання
400 – 450	фіолетовий
450 – 480	синій
400 – 550	синьо-зелений
500 – 560	зелений
400 - 610	синьо-зелено-жовтий
450 – 650	зелено-жовто-червоний
625 – 750	червоний

Вибір кювети. Попередній вибір кювет проводиться візуально з

урахуванням із інтенсивності забарвлення розчину. Якщо розчин інтенсивно забарвлений (темний), потрібно використовувати кювети з меншою довжиною оптичного шляху (1…5 мм). У разі слабкого забарвлення розчинів виміри проводять у кюветах з великою довжиною оптичного шляху (20…50 мм).

Побудова калібрувального графіка і визначення концентрації. Для визначення вмісту речовини методом калібрувального графіка готують серію із 5…8 стандартних розчинів різних концентрацій (не менше 3 паралельних розчинів для кожної точки). При виборі інтервалу концентрацій стандартних розчинів керуються такими вимогами:

а) він повинен охоплювати область можливих змін концентрації досліджуваного розчину, щоб оптична густина якого відповідала б приблизно середині калібрувального графіку;

б) не зайве, щоб у цьому інтервалі концентрацій за обраної товщини кювети та аналітичної довжини хвилі λ виконувався основний закон світлопоглинання, тобто графік A= f(C) був лінійним;

в) інтервал робочих значень λ, який відповідає інтервалу стандартних розчинів, повинен забезпечувати максимальну відтворюваність результатів вимірювань.

При сукупності зазначених умов вимірюють оптичні густини також стандартних розчинів щодо розчинника і будують графік залежності A= f(C).

Порядок виконання

1. Приготування робочого розчину нітрат-йонів з масовою концентрацією 0,01 мг/см^3. Для приготування 100 см^3 робочого розчину до мірної колби ємністю 100 см^3 вносять 1 см^3 водного розчину нітрат-йонів заданої концентрації (для приготування стандартного розчину з концентрацією 0,01 г/л зважують 1,63 г KNO_3, розчиняють у мірній колбі місткістю 1 л у невеликій кількості дистильованої води і доводять до мітки, перемішують) та доводять об’єм розчину у колбі до мітки дистильованою водою.

2. Приготування розчину тартрату калію-натрію з масовою концентрацією 300 г/л. До мірної колби ємністю 100 см^3 вносять 30 г тартрату калію-натрію та додають 70 см^3 дистильованої води.

3. Приготування розчину саліцилату натрію з масовою концентрацією 5 г/л. До мірної колби ємністю 100 см^3 внести 0,5 г саліцилату натрію та додають 100 см^3 дистильованої води. Розчин готують у день використання.

4. Приготування розчину гідроксиду натрію з масовою концентрацією 400 г/л. В фарфоровому стакані ємністю 1000 см^3 обережно при перемішуванні розчиняють порціями 400 г гідроксиду натрію в 600 см^3 дистильованої води, охолоджують. Термін зберігання розчину в ємності із полімерних матеріалів не більше одного року.

5. Приготування калібрувальних розчинів. У фарфорові чашки вносять 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 $см^3$, що відповідає 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 мг NO_3^- робочого розчину нітрат-іонів, додають дистильованої води до об'єму 10 $см^3$, доливають 1 $см^3$ розчину саліцилату натрію та випаровують на водяній бані досуха. Після охолодження сухого залишку в кожну чашку додають 1 $см^3$ концентрованої сірчаної кислоти, ретельно розтерти його скляною паличкою та залишають на 10 хвилин, потім до кожної чашки додають 5−10 $см^3$ дистильованої води та кількісно перенести до мірних колб ємністю 50 $см^3$, додають до кожної колби по 7 $см^3$ розчину гідроксиду натрію, доводять об'єм дистильованою водою до мітки та ретельно перемішують. Через 20 хвилин виміряють оптичну густину розчину при ⌊ = 400 нм у кюветі товщиною 2 см відносно холостої проби. Холоста проба готується так: 1 $см^3$ розчину саліцилату натрію випаровують на водяній бані досуха. Після охолодження сухого залишку в чашку додають 1 $см^3$ концентрованої сірчаної кислоти, ретельно розтирають його скляною паличкою та залишають на 10 хвилин, потім у чашку доливають 5−10 $см^3$ дистильованої води та кількісно переносять до мірної колби ємністю 50 $см^3$, додати 7 $см^3$ розчину гідроксиду натрію, доводять об'єм дистильованою водою до мітки та ретельно перемішують.

6. Проведення аналізу проби 10 $см^3$ соку овочів або фруктів вносять до фарфорової чаші, додають 1 $см^3$ розчину саліцилату натрію, поставити на водяну баню та нагрівають до утворення сухого осаду. Для усунення впливу кольоровості проби на результат аналізу додатково готують зразки без додавання саліцилату натрію. Після охолодження до сухого осаду додати 1 $см^3$ концентрованої сірчаної кислоти та ретельно розтирають скляною паличкою. Потім додивають невеликими порціями дистильовану воду у фарфорову чашу та переносять уміст до мірної колби ємністю 50 $см^3$, додають 7 $см^3$ розчину гідроксиду натрію та доводять до мітки дистильованою водою. Вимірюють його оптичну густину на спектрофотометрі та визначають уміст нітратів за калібрувальним графіком.

Будують калібрувальний графік залежності оптичної густини розчинів від кількості нітратів, відкладаючи на осі абсцис кількість нітратів (мг), а на осі ординат – значення оптичної густини. Графік повинен мати прямолінійний характер.

Уміст нітратів у пробі розраховують за формулою:

$$X = \frac{A \cdot V \cdot 0{,}001 \cdot 1000}{m \cdot V_1}, \text{ мг/кг}$$

де А – вміст нітрату, який розраховується за калібрувальним графіком, мкг;

V – загальний об'єм фільтрату, мл;

V_1 – аналізований об'єм, мл;

0,001 – коефіцієнт перерахунку мкг в мг;

1000 – коефіцієнт перерахунку г в кг;
m – наважка продукту, г;
X – вміст нітратів у пробі, мг/кг.
Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновок.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2
Ветеринарно-санітарна оцінка якості та безпечності сировини тваринного походження

Мета роботи: опанувати методики проведення оцінювання якості та безпеки м’яса і м’ясних продуктів.

Матеріали та прилади: проби м’яса свійських та диких свиней; проби ковбас; мікроскоп; компресоріум; пінцет; скальпель; бюретка; пробірки; 0,1%-й розчин метиленового блакитного; 0,1 н розчин гідроксиду натрію; індикатор фенолфталеїн; формалін; 0,2%-го спиртового розчину бензидину; 1%-го розчину водню пероксиду; 5% розчин сірчанокислої міді; 5%-го розчину ацетатнокислого свинцю.

Під дією ферментів, які продукують мікроорганізми в процесі гнильного псування м’яса, відбувається гідроліз білків. Білки розкладаються спочатку до альбумоз і поліпептидів, потім – до амінокислот. Амінокислоти ж унаслідок різних хімічних процесів – дезамінування, бродіння тощо – утворюють жирні та інші кислоти (зокрема леткі), вільні амінні та карбоксильні групи, аміак, сірководень тощо, більшість з яких надає м’ясу неприємного гнильного запаху.

Ветеринарно-санітарна експертиза м’яса при трихінельозі

Трихінельоз – антропозоонозна хвороба що перебігає гостро або хронічно з яскраво вираженими алергічними явищами. Властиве всеїдним, м’ясоїдним, коням і людині. Хворобу викликають нематоди Trichinella spiralis, Tr. native, Tr. nelsoni. Трихінела розвивається за участю дефінітивних та проміжних живителів, причому та сама тварина або людина послідовно є дефінітивним, а потім проміжним живителем.

Личинки розвиваються тільки під сарколемою м’язових волокон поперечносмугастих м’язів. У гладких м’язах, серцевому м’язі, у внутрішніх органах, у жировій тканині – не розвиваються, але можуть бути в атрофованих м'язах. Трихінели розміщені в капсулі. Уражаються найчастіше м’язи діафрагми, язика, жуйні, гортані, шийні, міжреберні, очеревини. Переважно – м’язи біля сухожиль. Через три місяці в капсулах починається звапнення. Однак у звапненій капсулі трихінела може жити понад 20 років.

Люди і тварини заражаються через м’ясо, яке містить інвазійні личинки паразита. Після перетравлення м’яса звільнені м’язові трихінели через 27 діб перетворюються на кишкові. Личинки з лімфою і кров’ю потрапляють у м’язи. Через 17 діб вони досягають інвазійної стадії і набувають спіралеподібної форми.

М’ясо з трихінелами містить токсичні речовини, які не руйнуються при термічній обробці. Трихінела гине при 60−70 °С, а при мінусових температурах (-18−19)°С – через 10−20 днів; в солонині – через 14 днів, але, незважаючи на це, відмічені випадки захворювань людей через солоне м’ясо.

Методика виконання трихінелоскопії:

Проби м’яса нарізають ножицями вздовж м’язових волокон. Ножиці при цьому необхідно тримати ввігнутою кривизною до м’яса, щоб зрізи потрапляли на опуклу кривизну, звідки їх легко переносити на скло компресоріума. Одночасно оглядають поверхню розрізу на наявність тих або інших включень. З кожної проби м’язів роблять по 12 зрізів розміром з вівсяне зернятко, товщиною не більше 3 мм. (усього 24–28 зрізів). Зрізи розкладають у вічках нижньої пластини, потім кладуть верхнє скло і закручують гвинти, роздавлюють зрізи до такого стану, щоб через них можна було читати газетний текст. Приготовлені зрізи м’язів ретельно досліджують під трихінелоскопом або мікроскопом при малому збільшенні (в 40–100 разів). Інкапсульовані личинки трихінел мають лимоноподібну або овальну форму. Довжина капсули – 0,5−0,7 мм, ширина – 0,2–0,3 мм.

При переродженні капсули побачити личинки неможливо. В такому разі зрізи виймають із компресоріуму, кладуть у 5–10%-ний розчин хлористоводневої кислоти на 1–1,5 год, а потім додають краплинами гліцерин або молочну кислоту. Оболонка капсули просвітлюється і стають видними личинки трихінел.

Зрізи із замороженого, посоленого чи копченого м’яса перед мікроскопією фарбують протягом хвилини 0,1%-ним розчином метиленового блакитного. При обробці зрізів розчином метиленового блакитного м’язові волокна забарвлюються у блідо-блакитний колір, жирова тканина набуває світло-рожевого забарвлення. Капсула трихінели забарвлюється в рожевий або синій колір, а личинка не забарвлюється і стає помітною при трихінелоскопії.

Визначення у м’ясі аміно-аміачного азоту

Під час зберігання м’ясних продуктів під дією протеолітичних ферментів бактерій відбувається розщеплення речовин з утворенням сполук аміаку у вигляді його солей і вільних амінокислот, за кількістю визначають свіжість продукту чи ступінь його псування.

Аміно-аміачний азот при псуванні ковбас безперервно нагромаджується, однак ріст мікрофлори може викликати зниження цього показника. У таких

випадках постійно спостерігається різко позитивна реакція на аміак із реактивом Неслера, тобто проходить вже розпад амінокислот з утворенням вільного аміаку.

Для визначення аміно-аміачного азоту в м'ясі і м'ясопродуктах запропоновано багато методів, але найпростіший – це метод титрування за фенолфталеїном.

Порядок виконання

25 г фаршу розтирають у ступці, поступово додають воду у співвідношенні 1:4, отриману масу переносять до колби, ступку ретельно промивають і залишки води зливають у колбу. Вміст колби збовтують протягом 3 хв, відстоюють і знову збовтують протягом 2 хв. Потім уміст колби фільтрують через 3 шари марлі.

До 10 мл витяжки у співвідношенні 1:4 додають 40 мл дистильованої води і три краплі 1%-ного розчину фенолфталеїну. Витяжку титрують 0,1 н розчином лугу до блідо-рожевого кольору. Потім додають 10 мл формаліну, нейтралізованого за фенолфталеїном і вміст колби титрують 0,1 н розчином їдкого натрію до блідо-рожевого кольору.

Вміст аміно-аміачного азоту розраховують за формулою:

$$X = 1{,}4 \cdot V,$$

де А – кількість 0,1 н розчину лугу, яка пішла на друге титрування, мл.

У свіжому м'ясі міститься до 1,26 мг аміно-аміачного азоту, у м'ясі підозрілої свіжості – від 1,27 до 1,68 мг, у несвіжому – більш як 1,68 мг.

Реакція м'яса на пероксидазу

Активність пероксидази залежить від pH середовища, хоч повної відповідності між бензидиновою реакцією і концентрацією водневих йонів не спостерігається. При pH концентрованих витяжок (1:4) нижче 6 результат реакції із бензидином у більшості випадків позитивний, при pH 6,1-6,2 – сумнівний, а при pH 6,2 – від'ємний.

Порядок виконання

У пробірку наливають 2 $см^3$ витяжки (1:4), додають 5 крапель 0,2 %-го спиртового розчину бензидину, збовтують і додають 2 краплі 1%-го розчину водню пероксиду. Витяжка із м'яса здорових тварин набуває синьо-зеленого кольору, який переходить через кілька хвилин у буро-коричневий (позитивна реакція). У витяжці із м'яса хворої тварини або вбитої у агональному стані синьо-зелений колір не з'являється і витяжка відразу набуває буро-коричневого відтінку (негативна реакція).

Реакція із сірчанокислою міддю

Визначення якості м'яса за реакцією бульйону з сірчанокислою міддю: при взаємодії з 5%-ним розчином сірчанокислої міді бульйон повинен бути прозорим або ледь каламутним. У бульйоні з напівфабрикатів сумнівної свіжості з'являються

пластівці, а в бульйоні з несвіжого м’яса випадає желеподібний осад синьо-блакитного кольору.

Порядок виконання

У конічну колбу ємністю 150–200 мл переносять 20 г подрібненого м’яса та заливають 60 мл дистильованої води, добре перемішують, накривають склом та витримують 10 хв на киплячій водяній бані. Потім в мірний циліндр ємністю 25 мл відбирають 20 мл бульйону і визначають запах, колір, смак та його прозорість. Бульйон повинен бути прозорим, ароматним, жир на поверхні – у вигляді великих скупчень. Якщо в бульйоні залишилися пластівці білка, його фільтрують через паперовий фільтр.

Для проведення реакції з сірчанокислою міддю в пробірку вносять 2 мл бульйону і додають три краплі 5%-го розчину сірчанокислої міді. Пробірку струшують і залишають на 5 хв у спокої у штативі. Далі фіксують результати реакції. М’ясо доброякісне – м’ясний бульйон прозорий, може бути дещо мутнуватий. М’ясо сумнівної свіжості – бульйон із пластівцями. М’ясо зіпсоване – бульйон перетворився на желеподібний згусток синьо-блакитного або зеленуватого кольору.

Реакція на сірководень

Під час гнильного розкладання білків водночас з іншими продуктами цього процесу утворюються леткі сполуки, які є головними носіями гнильного запаху. До них належать скатол та індол, які утворюються з амінокислот ароматичного ряду, а також меркаптани та сірководень, який утворюється з цистину. Наявність цих речовин свідчить про глибоке гнильне розкладання білків м’яса.

Наявність сірководню визначають за допомогою розчину плюмбуму ацетату, краплю якого наносять на смужку фільтрувального паперу.

За наявністю сірководню на папері утворюється пляма, яка має світло-буре забарвлення. Відбувається така реакція:

$$(CH_3COO)_2Pb + H_2S \rightarrow PbS + 2CH_3COOH$$

Порядок виконання

У хімічну склянку кладуть невелику кількість подрібненого м’яса і закривають кришкою. Під кришку закріплюють смужку фільтрувального паперу з нанесеною на неї краплиною лужного розчину ацетатнокислого свинцю. Не відкриваючи кришки кожні 5 хвилин спостерігають за зміною кольору краплини розчину. Через 15 хвилин дослід припиняють.

Залежно від кількості сірководню краплина лужного розчину плюмбуму ацетату забарвлюється у світло-бурий або чорний колір.

Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3
Визначення вмісту фенолів у копчених виробах

Мета роботи: визначити вміст фенолу в м’ясних, копчених виробах.

Матеріали та прилади: проби копчених, м’ясних виробів; фотоколориметр; кювети; Фотоелектроколориметр; технічні ваги; магнітна мішалка; мірні колби місткістю 50 мл − 5 шт; мірний циліндр місткістю 150 мл; піпетки об’ємом 1,5 і 10 мл - по 1 шт.; пробірки місткістю 20 мл − 5 шт.; конічна колба з пришліфованою пробкою місткістю − 250 мл; скляна паличка; стандартний розчин фенолу з концентрацією 1,0 мг/мл; розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1 моль/дм^3; 25%-ний розчин сульфатної кислоти; 0,45%-ний розчин сульфату цинку; 0,05%-ний розчин нітриту; 10,0%-ний розчин аміаку.

Висока якість рибних та м’ясних продуктів, а також можливість їх тривалого зберігання досягається копченням. Дим для копчення отримують неповним спалюванням деревини переважно листяних порід − бука, дуба, вільхи та клена. Залежно від температури диму розрізняють холодне, тепле та гаряче копчення.

При холодному копченні охолоджений до кімнатної температури дим протягом тижня (тривале копчення) або кількох днів (прискорене копчення) контактує із харчовим продуктом. Холодному копченню переважно піддають заздалегідь посолені або підсушені харчові продукти, наприклад сиру ковбасу. Тепле копчення проводять за температур від 25 до 50 °С, гаряче − від 50 до 100 °С. Копчення триває від 0,5 до 3 годин.

До складу коптильного диму входять консерванти (альдегіди та феноли), які пригнічують розвиток мікрофлори та знижують інтенсивність окиснення білків та жирів на поверхні продуктів. Ці леткі сполуки утворюються при термічній деструкції природних полімерних сполук − целюлози та лігніну. Однак деякі сорти дров і тирси, при термічному розпаді, або згоранні в умовах нестачі кисню, виділяють надлишкову кількість летких фенольних сполук. У складі диму знайдені: евгенол, пірокатехін, фенол, о-крезол, гваякол, 2-метокси-4-вінілфенол, 2-метокси-4-пропілфенол.

Феноли беруть участь в утворенні смакових і ароматичних властивостей копчених продуктів. При копченні відбувається поглинання фенолів і накопичення їх в продуктах. Феноли добре розчиняються в жирі. Накопичення фенолів у копчених продуктах має бути зведене до мінімуму, оскільки їх високий уміст небезпечний для здоров’я людини. Феноли при попаданні в організм викликають задуху, блювання, нудоту, побіління тіла, печію в горлі. Дія високих доз фенолу

протягом кількох тижнів призводить до паралічу та завдає значної шкоди серцю, ниркам, печінці та легеням, в деяких випадках може призвести до смерті.

Уміст цих речовин в м'ясних та рибних копченнях суворо лімітується та контролюється, тому що навіть у невеликій кількості, вони становлять небезпеку для здоров'я людини.

Порядок виконання

У мірні колби піпеткою відбирають 2,5; 5,0; 7,5 та 10,0 мл стандартного розчину фенолу і доводять до мітки дистильованою водою. У пробірки вміщують по 5,0 мл приготовлених розчинів фенолу, додають по 1,0 мл розчину NaOH, 0,25 мл розчину H_2SO_4 і 2,5 мл розчину $NaNO_2$. Вміст пробірок перемішують скляною паличкою, нагрівають на водяній бані до температури кипіння, охолоджують на повітрі та додають у кожну пробірку по 5,00 мл розчину NH_4OH. Забарвлені в жовтий колір розчини ретельно перемішують і через 15 хв замірюють їх оптичну густину при λ = 400 нм. Розчин порівняння містить усі компоненти, окрім фенолу. Виміри проводять 2− 3 рази. Середні значення оптичної густини записують в таблицю, а потім за отриманими результатами будують градуювальну криву в координатах A = f(c).

Підготовка проби. У конічну колбу вміщують (15 ± 0,01) г подрібненої копченої ковбаси. Додають 50 мл дистильованої води, закривають колбу корком і перемішують її вміст протягом 15 хв. Отриманий розчин фільтрують в мірну колбу і доводять до мітки дистильованою водою. Для осадження білків 10,0 мл отриманого розчину переносять в пробірку, додають 4,0 мл розчину сульфату цинку, 1,00 мл розчину NaOH, витримують на водяній бані 5 хв і фільтрують. У пробірку вміщують 5,0 мл фільтрату, додають 0,25 мл розчину H_2SO_4 і 2,5 мл розчину $NaNO_2$. Уміст пробірки перемішують та нагрівають на водяній бані до температури кипіння, а потім охолоджують на повітрі і додають 5 мл розчину NH_4OH. Оптичну густину забарвленого в жовтий колір розчину вимірюють в умовах, прийнятих при побудові градуювальної кривої. Концентрацію фенолу в пробі знаходять за градуювальною кривою.

Вміст фенолу в пробі (ω, мг %) розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{C_x \cdot V \cdot 100}{m}$$

де C_x – концентрація фенолу у водній витяжці, знайдена за градуювальною кривою, мг/мл;

m – маса зваженого аналізованого продукту, г;

V – місткість мірної колби, мл.

Таблиця 2

№	Досліджуваний продукт	Dx	C_x, мг/л	ω, мг/100г

Спостереження записують у таблицю та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4
Ветеринарно-санітарна оцінка якості свіжої риби

Мета: опанувати методики проведення оцінювання якості та безпеки свіжої риби.

Матеріали та прилади: зразки риби; pH-метр; люмінескоп; сушильна шафа; бюкси; бюретка; піпетка; пробірки; 10 %-ний розчин свинцю оцтовокислого; 0,1 н розчин гідроксиду натрію; індикатор фенолфталеїн.

Риба при зберіганні − дуже нестійкий продукт. В несприятливих умовах зберігання вона вже через 12–24 год після вилову псується. Риба розкладається під впливом гнильної мікрофлори, де переважають психрофільні мікроорганізми, які розвиваються за температури близько 0 ºС.

Швидке псування риби зумовлене наявністю на її поверхні слизу, впливом ферментів, нейтральною або слабколужною реакцією середовища, рихлою структурою м'язової тканини, значним умістом води та ненасичених жирних кислот, здатністю психрофільної мікрофлори кишечника розвиватися за низьких плюсових температур.

Порядок виконання:

При органолептичному дослідженні насамперед звертають увагу на зовнішній вигляд: стан зяберних кришок, зябер, ротової порожнини, стан луски, плавників, підтисненість чи здуття черевця, запах зябер, слизу, пробу варінням.

Таблиця 3

Органолептичні показники ступеня свіжості риби

Якісна	Сумнівна	Неякісна
Ціла риба		
Добре виражена застиглість м'язів (риба взята за середину тулуба, не згинається). При натисканні пальцем ямка в ділянці спинних м'язів швидко зникає	Застиглість м'язів незначна (риба взята за середину тулуба, дещо згинається). При натисканні пальцем ямка в ділянці спинних м'язів зникає повільно	Застиглості м'язів немає (риба взята за середину тулуба, згинається дугою, голова і хвіст опускаються низько). При натисканні пальцем ямка в ділянці спинних м'язів зникає довго або зовсім не вирівнюється
Луска		

Блискуча або трохи блякла з перламутровим відтінком, щільно прилягає до тіла, важко висмикується	Блякла, легко висмикується	Пом'ята, тримається на шкірі слабко, легко відокремлюється
Слиз		
Багато, прозорий, без домішок крові і стороннього запаху	Мутний, липкий, із кислуватим запахом	Брудно-сірого кольору, липкий, з неприємним запахом
Плавники		
Цілі, природного кольору	Опалі, прилягають до тіла риби	Рвані, брудно-сірого кольору
Зяброві кришки		
Щільно закривають зяброву порожнину	Нещільно закривають зяброву порожнину	Розкриті
Зябра		
Покриті тягучим, чистим, прозорим слизом, з легким запахом сирої риби; колір яскраво-рожевий або блідо-червоний	Покриті великою кількістю мутного слизу червоного кольору з чітким різким запахом сирої риби; колір від світло-рожевого до слабо-сірого	Листочки зябер оголені від епітелію і вкриті мутним тягучим слизом з неприємним гнильним запахом.; колір від темно-бурого до брудно-сірого
М'язова тканина		
Пружна, щільно прилягає до кісток, без стороннього запаху, відчувається специфічний запах сирої риби	Розм'якла, соковита, легко розділяється на окремі волокна; бляклий або блякло-сірий з чітким, кислим запахом	Дрябла, м'яка, розповзається, кінці ребер легко відстають від м'яса або виступають, відчувається сильний затхлий гнильний запах
Внутрішні органи		
Добре анатомічно виражені, природного кольору і структури, кишечник нездутий, без гнильного запаху	Помітно виражений розклад нирок і печінки, тканина яких розповзається	Брудно-сірого або сіро-коричневого кольору, змішані в однорідну масу з різким гнильним запахом

Визначення концентрації водневих йонів (pH)

До 5 г рибного фаршу додають 50 мл дистильованої води і настоюють 30 хв, періодично помішуючи; потім фільтрують через паперовий фільтр. Фільтрат використовують для дослідження. У риби свіжої фільтрат має pH до 6,9; у риби сумнівної свіжості – злегка каламутний фільтрат з pH 7,0-7,2; у несвіжої – каламутний, запах неприємний, pH 7,3 і вища.

Визначення вмісту сірководню з підігріванням проби

У пробірку вміщують 5−7 г фаршу м'яса риби. Під пробку закріплюють смужку фільтрувального паперу, змочену 10%-ним основним розчином свинцю

оцтовокислого. Діаметр краплини не більше 5 мм. Папірець не повинен доторкуватись до м'яса та стінок пробірки. Контролем служить пробірка з фільтрувальним папірцем, змоченим дистильованою водою. Пробірки підігрівають на водяній бані за температури 48− 50 ºС протягом 15 хв і після цього зразу визнчають реакцію: риба свіжа – реакції немає (папір білий, як і в контролі); риба сумнівної свіжості – на папері з'являється слабо-бура пляма (сліди сірководню); риба несвіжа – колір краплини на папері від бурого до темно-коричневого.

Визначення вмісту аміно-аміачного азоту

В колбу місткістю 100 мл вміщують 10 мл профільтрованої через фільтрувальний папір водної витяжки з м'яса. Потім додають 40 мл дистильованої води і 3 краплі 10%-ного спиртового розчину фенолфталеїну. Вміст колби нейтралізують 0,1 н розчином їдкого натру до слабо-рожевого забарвлення. Потім у колбу додають 10 мл формаліну, нейтралізованого за фенолфталеїном до слабо-рожевого забарвлення. В результаті звільнення карбоксильних груп суміш стає кислою і рожеве забарвлення зникає. Після цього вміст колби знову титрують 0,1 н розчином їдкого натру до слабо-рожевого забарвлення. Оскільки 1 мл 0,1 н розчину їдкого натру еквівалентний 1,4 мг азоту, кількість мілілітрів 0,1 н NaOH, витраченого на друге титрування, перемножують на 1,4 і отримують кількість азоту аміно-аміачного (мг) у 10 мл фільтрату витяжки.

Прісноводна риба містить у м'ясі до 0,69 мг аміно-аміачного азоту, риба сумнівної свіжості – 0,7−0,8; а несвіжа – понад 0,81 мг.

Люмінесцентний аналіз

Під дією ультрафіолетових променів з довжиною хвилі 360−370 нм м'язова тканина свіжої риби флюоресціює синьо-блакитним кольором, а краплини крові – темно-коричневим.

У риби сумнівної свіжості м'язи світяться тьмяно-синюватим кольором із фіолетовим відтінком або сіро-синюватим зі слабким жовтуватим відтінком. Кров флюоресціює світло-коричневим кольором.

М'ясо несвіжої риби світиться тьмяним синьо-блакитним кольором із жовтувато-зеленим відтінком. Кров має оранжеве світіння.

Визначення вмісту вологи у м'ясі риби

Вміст вологи визначають висушуванням проб м'яса в сушильній шафі при 105 ºС до постійної маси сухої речовини. Для цього зважують проби масою 5 г, переміщують у бюкси і далі − в сушильну шафу. Протягом доби проводять 3−4 зважування. Аналіз вважається закінченим, якщо результати двох останніх зважувань не перевищують попередніх (±0,01 г). Вологу вираховують визначенням різниці маси чашки з пробою м'яса до висушування і після нього. Її вміст виражають у відсотках.

Чим вища загальна кількість води у м’ясі риби, тим нижча її якість. Така риба швидко псується. Вміст вологи у свіжій рибі становить 78−79%.

Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 5
Оцінка якості та безпечності рибних пресервів

Мета: опанувати методики проведення оцінювання якості та безпеки рибних пресервів.

Матеріали та прилади: зразки рибних пресервів; фарфорова ступка; фарфорова чашка; водяна баня; колба на 250 мл; бюретка; піпетка; пробірки; 10%-й хромокислий калій; 0,05 н розчин азотнокислого срібла; 0,1 н розчин гідроксиду натрію; індикатор фенолфталеїн.

Пресерви – солоні, пряні і мариновані рибні продукти з додаванням різноманітних соусів або заливок і герметично закупорені у тару. Пресерви не підлягають стерилізації та іншій термічній обробці, але для забезпечення їх стійкості при зберіганні до рецептури пресервів входить бензойнокислий натрій.

Традиційно пресерви випускають з так званих дозріваючих видів риб − оселедця атлантичного, тихоокеанського, азово-чорноморського та біломорського, скумбрії атлантичної та тихоокеанської, мойви, кільки, анчоусів, салаки, сардини марокканської та мексиканської та інших видів риб.

Залежно від речовин, які застосовуються під час засолювання, соління може бути: простим, коли застосовують лише кухонну сіль (в деяких випадках додають селітру або інші антисептики); солодким – до солі додають цукор (10− 25%) і бензойнокислий натрій або селітру (1,5− 3%) при зменшеному дозуванні солі; Кільковий, або пряний – додають цукор у суміші разом із прянощами; оцтовий – додають 0,04 %-ному оцтову кислоту (80%), що створює несприятливе середовище для розвитку мікроорганізмів і зменшує дозування солі; з коптильною рідиною – коптильну рідину (до 1,5%-ному до маси риби), які захищає рибу від окиснення і надає їй копченого смаку; з антиокислювальними речовинами – до 5-7% до маси риби-сирцю, що захищають рибу від окиснення.

За масовою часткою хлористого натрію в м’ясі риба буває:

- слабосолена – від 6 до 10%;
- середньосолена − від 10 до 14%;
- солена – більше 14 %.

Як антисептик при виробництві рибних пресервів зазвичай використовують бензойну кислоту і її сіль – бензойнокислий натрій (БКН). Можливе використання сорбату калію в кількості від 0,23 до 0,27 %. Якщо застосовується оцтова кислота,

інші органічні тари використовують жерстяну, скляну або полімерну тару різної ємності. Жерстяні банки повинні бути лакованими зсередини, оскільки розсоли, особливо маринади − це агресивні середовища. Скляна тара використовується рідше (через її крихкість і велику масу). Найперспективніше використання тари з полімерних матеріалів через їх міцність, хімічну стійкість і легкість.

Бензойнокислий натрій та оцтвоа кислота певною мірою шкідливі для організму людини, особливо дітей. Тому нормативно-технічна документація нормує вміст цих речовин у пресервах.

Порядок виконання:

Визначення солоності пресервів

Зразок риби подрібнити. Фарш масою 10 г розтирають у фарфоровій чашці паличкою з гумовим наконечником, додавши холодну воду об'ємом 5− 10 мл. Суміш кількісно переносять у мірну колбу на 100 мл, змиваючи залишки гарячою водою. Доливають гарячої води у колбу до 2/3 об'єму, добре перемішують уміст і витримують колбу на киплячій водяній бані 5 хв. Охолодивши уміст колби до кімнатної температури, доливають у неї воду до мітки, перемішують вміст і фільтрують через сухий складчастий фільтр. До фільтрату об'ємом 5− 10 мл додають дистильовану воду об'ємом 10−15 мл, нейтралізують розчином лугу за наявності фенолфталеїну доливають 10%-й розчин хромовокислого калію об'ємом 10 мл і титрують 0,05 н розчином азотнокислого срібла до появи незникаючого за збовтування оранжево-червоного забарвлення.

Уміст кухонної солі обчислюють за формулою:

$$\omega = (V \cdot 0{,}0029 \cdot V_1) / (m \cdot V_2) \cdot 100\ (\%)$$

де V – об'єм точно 0,05 н розчину азотнокислого срібла, витраченого на титрування, мл;

V_1 – об'єм витяжки, приготовленої з наважки в мірній колбі, мл;

V_2 – об'єм витяжки, взятої на титрування, мл;

0,0029 – титр 0,05 н розчину азотнокислого срібла в перерахунку на NaC1;

m – наважка продукту, г.

Визначення оцтової кислоти

Наважку рибного фаршу масою 20 або 25 г зважують з точністю до 0,01 г, уміщують у мірну колбу на 200 або 250 мл і заливають на 2/3 об'єму дистильованою водою. Вміст настоюють протягом 30 хвилин, періодично струшуючи колбу. Заповнюють колбу водою до мітки, вміст колби фільтрують через паперовий фільтр, 20−25 мл фільтрату титрують 0,1 н розчином КОН за наявності 5 крапель фенолфталеїну до сталого блідо-рожевого забарвлення. Вміст оцтової кислоти обчислюють за формулою:

$$\omega = (V \cdot К \cdot Б \cdot V_1) / (m \cdot V_2) \cdot 100\ (\%),$$

де V – об'єм розчину С (КОН) = 0,1 г/моль, використаного на титрування, мл;
К – поправочний коефіцієнт;
Б – маса оцтової кислоти, яка відповідає 1 мл 0,1 н. розчину КОН, г (Б=60· 0,1/1000 = 0,006);
V_1 – об'єм витяжки, приготовленої з наважки в мірній колбі, мл;
V_2 – об'єм витяжки, взятий на титрування, мл;
m – наважка фаршу, г.

Визначення буферної ємності

За показником буферної ємності визначають ступінь дозрівання соленої риби.

Наважку фаршу масою 10 г поміщають у фарфорову чашку, додають гарячу дистильовану воду об'ємом 10 мл і наважку ретельно розтирають скляною паличкою з гумовим наконечником. Потім суміш переносять киплячою водою в мірну колбу на 100 мл, доливають колбу киплячою водою на 2/3 об'єму, збовтують і витримують 5 хв на киплячій водяній бані. Потім колбу охолоджують до кімнатної температури, доводять до мітки, вміст перемішують і фільтрують через сухий складчастий фільтр. У дві пронумеровані колби (№ 1 і № 2) на 50 мл відбирають по 10 мл фільтрату. У колбі №1 фільтрат титрують з трьома краплями 1%-го розчину фенолфталеїну 0,1 н розчином NaOH до блідо-рожевого забарвлення. У колбу №2 додають 10 крапель 1%-го розчину тимолфталеїну і титрують 0,1 н розчином NaOH до чітко-блакитного забарвлення.

Буферність К (град.) обчислюють за формулою:

$$К=(Х–Х_1)\cdot 100,$$

де Х – об'єм розчину С(NaOH)=0,1 моль/дм^3, витраченого на титрування з тимолфталеїном, мл;
$Х_1$ – обсяг розчину С(NaOH)=0,1 моль/дм^3, витраченого на титрування з фенолфталеїном, мл.

Буферна ємність, яка характеризує окремі стадії дозрівання оселедця атлантичного, салаки і кільки балтійської наведена в табл. 4.

Таблиця 4

Буферна ємність різних видів риби за різних стадій дозрівання

Стадії дозрівання солоного продукту	Буферна ємність, градуси		
	атлантичного оселедця	салаки	балтійської кільки
(0) Дозрівання немає	до 120	до 130	до 100
(1) Початок дозрівання	120–155	130–160	100–130
(2) Дозрівання активне	155–200	160–200	130–180
(3) Початок перезрівання	200–230	200–220	180–220

(4) Перезрівання	більше 230	більше 220	більше 220

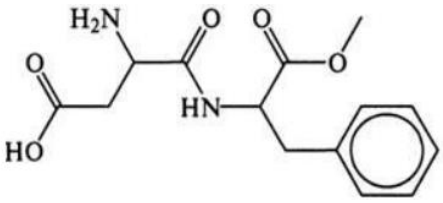
Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 6
Визначення вмісту аспартаму в безалкогольних напоях

Мета: визначити вміст аспартаму в безалкогольному напої.

Матеріали та обладнання: спектрофотометр; колориметр фотоелектричний; ваги лабораторні; аспартам; натрій фосфорнокислий двозаміщений; калій фосфорнокислий однозаміщений; нінгідрин (х.ч.); фруктоза (ч.д.а.); ректифікований етиловий спирт; папір фільтрувальний; ваги лабораторні; pH–метр; мірні колби на 100, 500, 1000 мл; градуювальні піпетки; скляний рідинний термометр; електроплитка побутова; водяна баня; механічний годинник.

Аспартам – штучний підсолоджувач, замінник цукру (харчова добавка Е951). Метиловий етер дипептиду, котрий складається стандартних амінокислот: аспарагінової і фенілаланіну:



Емпірична формула: $C_{14}P_{18}N_2O_5$
Молекулярна маса: 294,30

Допустима норма 40 мг/кг ваги тіла в день. ГДК у повітрі робочої зони 2 мг/м^3, клас небезпеки 3; ГДК у воді 1,0 мг/дм^3, клас небезпеки 4.

Відповідно до Директиви ЄС із підсолоджувачів він дозволений у 12 групах харчових продуктів, низькокалорійних або без цукру, і в 12 групах продуктів, споживаних у малій кількості – до 4000 мг/кг.

Він допустимий у жувальній гумці із цукром як підсилювач смаку й аромату, у безалкогольних напоях на основі ароматизаторів, фруктових соків, молочних продуктів без додавання цукру або зі зниженою калорійністю, напоях алкогольних із вмістом спирту не більше 15 об.%, лікеро-горілчаних виробах; у десертах ароматизованих на водній основі, на зерновій, фруктовій, овочевій, молочній, яєчній і жировій основі без додавання цукру або зі зниженою калорійністю, кондитерських виробах зі зниженою калорійністю або без додавання цукру, сендвічах із начинкою на основі какао, молочних продуктів, сухофруктах, жирах, фруктах консервованих зі зниженою калорійністю або без додавання цукру, джемах, варенні, мармеладі зі зниженою калорійністю, продуктах переробки фруктів і овочів зі зниженою калорійністю, сухих сніданках із зернових із вмістом харчових волокон більше 15 % або висівках не менш 20 %; у сухих закусках і

сніданках; у кондитерських виробах зі зниженою калорійністю або без додавання цукру на основі крохмалю, какао, сухофруктів; у жувальній гумці без додавання цукру, біологічно активних добавках до їжі – вітамінах і мінеральних речовинах у формі сиропів і жувальних таблеток; у морозиві (крім вершкового й молочного), у фруктовіих й овочевих кисло-солодких консервах, кисло-солодких консервах із риби, рибних маринадах, ракоподібних і молюсків у кількості до 300 мг/кг; у соусах і гірчиці; у здобних хлібобулочних й борошняних кондитерських виробах для дієтичного харчування в кількості до 1,7 %; у супах зі зниженою енергетичною цінністю; в освіжаючих подих цукерках (таблетках) без додавання цукру; у пиві зі зниженою енергетичною цінністю.

Визначення аспартаму в безалкогольних напоях проводиться за допомогою спектрофотометра. Цей метод не може бути використаний для напоїв, до складу яких входять амінокислоти і речовини білкової природи.

Порядок виконання

Приготування буферного розчину. Наважку натрію фосфорнокислого однозаміщеного ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) масою 28,870 г переносять у мірну колбу на 1000 мл, розчиняють у дистильованій воді, доводять до позначки і перемішують до повного розчинення. Наважку калію фосфорнокислого однозаміщеного (KH_2PO_4) з масою 4,535 г переносять у мірну колбу на 500 мл, розчиняють у дистильованій воді, доводять до позначки і перемішують до повного розчинення. В конічній колбі змішують 484,5 мл розчину Na_2HPO_4 і 15,5 мл розчину KH_2PO_4. За необхідності доводять pH буферної суміші даними розчинами до (8,0±0,1) одиниць.

Приготування нінгідринового розчину. Розчиняють в 500 мл буферного розчину 1,5 г фруктози, після чого розчиняють у ньому 2,5 г нінгідрину.

Приготування базового розчину аспартаму. 20 мг аспартаму розчиняють при перемішуванні і нагріванні до 50− 70 мл дистильованої води. Розчин переливають у мірну колбу місткістю 100 мл і доводять до позначки дистильованою водою. Приготування ряду робочих розчинів аспартаму для побудови градуювального графіка в пробірках місткістю по 10 мл кожна готують робочі розчини аспартаму, об’єм і концентрація яких вказана в таблиці

Умови проведення аналізу: температура базового, робочих розчинів аспартаму, буферного розчину, нінгідринового розчину і розчину етилового спирту – (18,0±2,0) °С. pH розчину нінгідрину – (8,0±0,1) од. Вміст аспартаму необхідно визначати після розливу напою. Нінгідриновий розчин повинен зберігатися у коричневому скляному посуді в холодильнику. Він може використовуватися протягом двох тижнів після приготування.

Таблиця 5

Робочі розчини аспартаму

Назва показника	Номер пробірки								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Об'єм базового розчину аспартаму, додають в пробірку, мл	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0	5,5	-
Об'єм дистильованої води, додають в пробірку, мл	8,0	7,5	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0	4,5	10,0
Концентрація аспартаму у робочому розчині, мг/мл	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10,0	11,0	-

Побудова градуювального графіка. Для побудування градуювального графіку в окремі пробірки переносять по 6 мл кожного робочого розчину і до них додають 3 $см^3$ нінгідринового розчину. Пробірки витримують 16 хв в киплячій бані, потім за 20 хв охолоджують до (20±1) °С, після чого із кожної пробірки в окрему пробірку переносять по 3 мл розчину, до якого додають по 5 мл етилового спирту з об'ємною часткою 60 %. Оптичну густину розчину визначають на спектрофотометрі при довжині хвилі 570 нм в кюветі товщиною 10 мм. Контрольним розчином слугує розчин у пробірці №9 (нульовий розчин) і етилового спирту, як і інші проби.

Порядок виконання

В досліджуваних зразках напоїв видаляють вуглекислий газ за температури не вище 200 °С і фільтрують зразки через фільтр розміром пор не більше 0,5 мкм. 20 мл профільтрованої проби переносять у мірну колбу місткістю 100 мл і доводять дистильованою водою до позначки. В пробірку місткістю 10 мл переносять по 6 мл кожного розбавленого зразка і до них добавляють по 3 мл нінгідринового розчину.

Пробірку витримують 16 хв в киплячій бані, потім за 20 хв охолоджують до 200 °С, після чого із кожної пробірки в окрему пробірку переносять по 3 мл розчину, до якого додають по 5 мл розчину етилового спирту з об'ємною часткою 60 %. Оптичну густину розчину досліджуваних зразків визначають, порівнюючи з нульовою пробою на спектрофотометрі при довжині хвилі 570 нм в кюветі товщиною 10 мм або на ФЕК при довжині хвилі 582 нм.

Обробка результатів. Концентрацію аспартаму в розбавлених зразках досліджуваного напою визначають за оптичною густиною зразків. Концентрацію аспартаму С, мг/100 мл, в напоях визначають за формулою:

$$C = Cp \cdot K,$$

де Ср – концентрація аспартаму в розбавлених зразках, мг/100 мл;

К – ступінь розбавлення (дорівнює 5).

Відтворюваність методики дорівнює 8,5 мг/100 мл напою. Провести визначення аспартаму в безалкогольних газованих напоях.

Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 7
Визначення ступеня окиснювального псування тваринного жиру

Мета: оволодіння сучасними методами контролю якості жиру-сирцю.

Матеріали й обладнання: топлений жир, ваги лабораторні, потенціометр, ступка фарфорова, циліндр мірний, секундомір, вага лабораторна, баня водяна, бюретка, стакан, колба мірна, вода дистильована, нейтральний червоний (індикатор), свіжоприготовлений розчин 10 г/л з pH 7,0–7,2 (для отримання розчину з pH 7,0–7,2 до нього додають з бюретки при постійному перемішуванні краплями 0,01 г/л розчин гідроокису калію або гідроокису натрію (не більше 0,8–1,0 мл). 0,01 моль/л розчин натрію тіосульфату, калій йодистий насичений свіжоприготовлений, хлороформ, кислота оцтова льодяна х.ч., крохмаль розчинний, розчин 10 г/л, вода дистильована, фенолфталеїн спиртовий розчин 10 г/л (для дослідження харчових і світлих технічних жирів); тимолфталеїн спиртовий розчин 10 г/л (при дослідженні технічних жирів, що мають темне забарвлення); калію гідроксид розчин 0,1 моль/л або натрію гідроксид розчин 0,1 моль/л, ефір етиловий, спирт етиловий ректифікований.

Порядок виконання

Реакція з нейтральним червоним

Шматочок топленого жиру масою від 0,5 до 1,0 г вміщують у фарфорову ступку, заливають розчином нейтрального червоного, розтирають протягом 1 хв і зливають розчин нейтрального червоного. Краплі рідини, які залишилися, якщо вони заважають спостереженню, змивають водою і спостерігають за забарвленням жиру.

Ступінь окислювального псування жиру визначають за табл. 6.

Таблиця 6

Ступінь окиснювального псування жиру

Свинячий		Яловичий	
забарвлення	ступінь окислювального псування	забарвлення	ступінь окислювального псування
від жовтого з зеленуватим відтінком до жовтого	свіжий	від коричневого до жовтого	свіжий
від темно-жовтого до коричневого	свіжий, не підлягає зберіганню	від коричневого до коричнево-рожевого	свіжий, не підлягає зберіганню

від коричневого до рожевого	сумнівної свіжості	від коричнево-рожевого до рожевого	сумнівної свіжості
від рожевого до червоного	зіпсований	від рожевого до червоного	зіпсований

Визначення перекисного числа

Перекисним числом називають кількість грамів йоду, виділеного з йодистого калію перекисами, котрі містяться в 100 г жиру. Це кількість первинних продуктів окислення, які виділяють із водного розчину йодистого калію йодид.

Вміст перекисів у жирах виявляють до появи неприємного запаху і смаку. Вміст перекисних сполук у жирах незначний, що зумовлено їх швидким перетворенням на речовини, які не містять перекисного кисню. До складу перекисних сполук входять переважно гідроперекиси, перекиси, диакілперекиси.

У конічну колбу з притертою пробкою вносять наважку жиру 0,8− 1,0 г, розплавляють на водяній бані і по стінці колби, змиваючи сліди жиру, вливають з циліндра 10 мл хлороформу, а потім з іншого циліндра – 10 мл льодяної оцтової кислоти. Швидко вливають 0,5 мл насиченого свіжоприготовленого розчину йодистого калію. Закривають колбу пробкою, змішують уміст колби обертальним рухом і одночасно перевертають пісочний годинник або включають секундомір. Колбу ставлять у темне місце на 3 хв. Потім вливають 100 мл дистильованої води, в яку попередньо був доданий 1 мл розчину крохмалю. Титрують розчином тіосульфату натрію до зникнення синього забарвлення.

Для перевірки чистоти реактивів проводять контрольне визначення (без жиру). Реактиви вважають придатними для проведення випробування, якщо на контрольне визначення йде не більш як 0,07 мл розчину тіосульфату натрію.

Обробка результатів

Перекисне число *(X_1)* у відсотках йоду обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}00127 \cdot 100}{m}$$

де V– об’єм 0,01 моль/л розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування при проведенні основного досліду з наважкою жиру, см^3;

V_1 – об’єм 0,01 моль/л розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування при проведенні контрольного досліду (без жиру), см^3;

m– маса наважки досліджуваного жиру, г;

К – коефіцієнт поправки до розчину тіосульфату натрію для перерахунку на точний 0,01 моль/л розчину;

0,00127 – кількість грамів йоду, еквівалентна 1 мл 0,01 моль/л розчину тіосульфату натрію.

Визначення кислотного числа

Жири містять незначну кількість вільних жирних кислот, яка збільшується їх при тривалому зберіганні. Кислотне число характеризує межі збільшення цих вільних кислот і виражається в міліграмах їдкого калію, необхідного для нейтралізації вільних кислот, які входять до складу 1 г досліджуваної речовини. Кислотним числом називають кількість міліграмів гідроокису калію, необхідну для нейтралізації вільних жирних кислот, котрі містяться в 1 г жиру. Воно нормується ДСТУ і технічними умовами. Значення кислотного числа характеризує товарний сорт та доброякісність. При недотриманні режимів і термінів зберігання кислотне число збільшується, що зумовлено переважно, гідролізом тригліцеридів. Кислотне число може підвищуватись і у результаті біологічного окислення ненасичених жирних кислот гліцеридів під дією ліпоксигеназ.

Підготовка до дослідження

Для проведення дослідження готують суміш етилового ефіру та етилового спирту в співвідношенні 2:1 з відповідним індикатором, нейтралізовану розчином гідроксиду калію або гідроксиду натрію до слабкої зміни забарвлення індикатора. Розчин індикатора додають до спиртово-ефірної суміші з розрахунку, щоб у 250 мл спиртово-ефірної суміші містилося: 1 мл розчину фенолфталеїну при дослідженні харчових і світлих технічних жирів; 5 мл розчину тимолфталеїну при дослідженні технічних жирів, із темним забарвленням.

Порядок виконання

Наважку досліджуваного жиру 3–5 г (для технічного жиру 1,0–1,5 г) зважують, уміщують у конічну колбу, розплавляють на водяній бані, доливають 50 мл нейтралізованої спиртово-ефірної суміші і збовтують.

Одержаний розчин при постійному помішуванні швидко титрують розчином гідроксиду калію або гідроксиду натрію до чіткої зміни забарвлення, зумовленого наявністю індикатора (фенолфталеїн – рожеве, тимолфталеїн – синє).

Якщо при титруванні рідина каламутніє, то в колбу додають 1,5-10 мл спиртово-ефірної суміші і збовтують до зникнення помутніння; за необхідності колбу можна злегка нагріти на водяній бані, охолодити до кімнатної температури і потім закінчити титрування.

При титруванні 0,1 моль/л водним розчином гідроксиду калію або гідроксиду натрію об’єм спирту, вживаного у складі спиртово-ефірної суміші, для уникнення гідролізу мила повинен перевищувати разів у п'ять кількість витраченого розчину гідроксиду калію або гідроксиду натрію.

Кислотне число *(X_2)* в мг КОН обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{V \cdot K \cdot 5{,}61}{m}$$

де *V* – об'єм 0,1 моль/л розчину гідроокису калію або гідроокису натрію, витраченого на титрування, мл;
K – поправка для перерахунку на точний 0,1 моль/л розчин лугу;
5,61 – кількість гідроокису калію, яка міститься в 1 мл 0,1 моль/л розчину;
m – наважка досліджуваного жиру, г.

За кінцевий результат дослідження беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень. Допустима розбіжність між результатами досліджень, проведених у двох різних лабораторіях, при Q=0,95 не повинна перевищувати 12 % відносно середнього арифметичного.

Значення середньоквадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань кислотного числа однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях допускаються методикою при змінах впливаючих факторів і становить 0,042 .

Кислотне число у яловичого та свинячого жиру вищого сорту не більше 1,1; у баранячого та кісткового – 1,2 мг КОН; у всіх видів жирів першого ґатунку – не більше 2,2 мг КОН.

Визначення вільних жирних кислот (кислотності)

Уміст вільних жирних кислот визначають розрахунковим шляхом за значенням кислотного числа жиру (X_2). Розрахунок наведений за олеїновою кислотою, кількість якої в тваринних жирах становить близько 5 %. Масову частку вільних жирних кислот *(X_3)* (кислотність) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_3=X_2/n100\%$$

де X_2 – кислотне число жиру, мг КОН;
n – число нейтралізації олеїнової кислоти жиру, мг КОН.
Число нейтралізації олеїнової кислоти (n) визначають за формулою:

$$n = \frac{56,11 \cdot 1000}{282,27} = 198,78$$

де 56,11 – кількість г КОН, необхідна для нейтралізації однієї грам-молекули олеїнової кислоти;
282,27 – молекулярна маса олеїнової кислоти, г;
1000 – масова частка олеїнової кислоти, мг.

Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 8

Визначення вмісту важких металів у природних водах методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії з попереднім їхнім екстракційним концентруванням

Мета роботи: вивчити метод екстракційного атомно-абсорбційного аналізу вмісту сполук важких металів у природних водах на прикладі йонів Плюмбуму, як одного з найнебезпечніших токсикантів (ГДК=10 мкг/л).

Матеріали й обладнання: зразки природних вод, фарфорова чашка місткістю 50 $см^3$; вимірювальний циліндр об'ємом 100 $см^3$; електроплитка з терморегулятором; ексикатор; технічні терези; хімічна склянка; лійки; хлоридна кислота (1:1); натрію диетилдитіокарбамат, бутилацетат; вимірювальні колби об'ємом 100 та 1000 $см^3$; муфельна піч; атомно-абсорбційний спектрофотометр С-115 М1; лампа з порожнистим катодом на Плюмбум (ЛТ-2); еталонний розчин йонів Pb^{2+} (С=1 г/л).

Основний шлях потрапляння важких металів до організму – вживання питної води. Надходження важких металів до питної води може мати різну природу: особливості процесу очищення, вміст важких металів у ґрунті, стихійне забруднення підземних вод тощо.

Атомно-абсорбційна спектроскопія − сучасний метод визначення елементного складу природних вод. Проте концентрації більшості досліджуваних мікроелементів (Pb, Cu, Ni, Mn, Zn, Cr, Cd) у воді лежить за межею прямого атомно-абсорбційного визначення спектрофотометрами з полум'яними атомізаторами. Тому необхідне попереднє концентрування природної води. У роботі пропонується метод екстракційного концентрування природних вод системою бутилацетат-натрію диетилдитіокарбамат. У цьому разі останній виступає екстрагентом, а бутилацетат − розчинником. Крім того, бутилацетат можна безпосередньо вносити в полум'я пальника атомізатора, що викликає зростання аналітичного сигналу.

Порядок виконання

Приготування 10%-го розчину натрію диетилдитіокарбамату для екстракційної суміші

10 г натрію диетилдитіокарбамату відважують на технічних терезах, висипають у хімічну склянку об'ємом 150−200 мл, наливають 90 мл дистильованої води і розчиняють. Основний розчин зберігають у закритій скляній посудині.

Побудова калібрувального графіка

У мірні колби для екстракції об'ємом 100 мл піпеткою вносять 1, 2, 3, 4, 5 мл робочого стандартного розчину іонів Плюмбуму з концентрацією, яка дорівнює 10 мг/л і доливають дистильованою водою, підкисленою хлоридною кислотою, до позначки (pH= 4 −7 контролюють лакмусовим папірцем). При цьому концентрації Pb^{2+} становитимуть , мг/л: 1, 2, 3, 4 і 5. У кожну колбу додають 1 мл 10 %-го розчину натрію диетилдитіокарбамату і 5 мл бутилацетату. Колби закривають корками і протягом 30 с інтенсивно струшують. При такому співвідношенні екстракційної суміші до досліджуваного розчину і при майже 100%-му ступені

екстракції коефіцієнт концентрування дорівнює 20, а концентрації Плюмбуму в екстракційній суміші будуть дорівнювати, мг/л 2, 4, 6, 8 і 10. Після розділення фаз капіляр розпорошувача атомізатора, при увімкненому спектрофотометрі, занурюють в органічну фазу і вимірюють абсорбцію полум'я.

Методика вимірювання

Спектральну лампу на Плюмбум установлюють у тримач і подають на неї живлення відповідно до паспортних даних. За відсутності лампи з порожнистим катодом можна використати безелектродну лампу з високочастотним живленням. Виставляють оптимальний струм живлення і прогрівають лампу 10−15 хв. При використанні спектрофотометрів серії С-115 М 1 і безелектродних ламп вимірювання проводять у режимі "пост" при ширині щілини 0,1− 0,4 нм. Монохроматором знаходять найчутливішу спектральну лінію (589 нм), вмикають атомізатор і регуляторами подачі ацетилену та повітря встановлюють оптимальний режим атомізації розчину з концентрацією іонів Плюмбуму 1 мг/л у режимі вимірювання оптичної густини "Д". Потім розпорошують "нульовий розчин" (в нашому разі дистильована вода) і виставивши напругу на фотодетекторі регулятором "ФЕУ" (сигнал "ЛПК" на рівні 8−9 за світловим табло), фіксують нульовий рівень абсорбції. Після цього подають в атомізатор вимірювальний розчин із концентрацією йонів Pb^{2+}, що дорівнює 1 мг/л, і реєструють абсорбцію, увімкнувши режим вимірювання. Вимірювання проводять тричі. Потім монохроматором виділяють спектральну лінію 330 нм і, не змінюючи ширини щілини та режим атомізації, вимірюють величину абсорбції цього ж розчину. Якщо значення абсорбції становитиме менше двох знаків на табло "результат", що найбільшімовірніше, вимірювання повторюють, використовуюючи розчини з концентраціями іонів Плюбуму 10 мг/л і 100 мг/л. Вимірювання абсорбції вищезазначених розчинів проводять також тричі. За результатами вимірювань обчислюють середні значення кожної серії досліджень і розраховують у скільки разів чутливість вимірювання Плюмбуму на лінії 283 нм нижча за чутливість на лінії 330 нм. При цьому враховують концентрації розчинів.

Контрольне завдання: природну воду з невідомою концентрацією йонів Плюмбуму піддають екстракційному концентруванню за описаною вище методикою і вимірюють на тих самих параметрах спектрофотометра (одночасно з вимірюванням аналітичного сигналу калібрувального розчину), рівень абсорбції. За графіком визначають концентрації йонів Плюмбуму.

Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 9
Кількісне атомно-абсорбційне визначення йонів Феруму у фруктових соках

Мета роботи: засвоїти методику атомно-абсорбційного аналізу визначення вмісту металів, зокрема Феруму у соках та інших напоях.

Матеріали й обладнання: фруктові соки; фарфорова чашка ємністю 50 $см^3$; вимірювальний циліндр об'ємом 100 $см^3$; електроплитка з терморегулятором; ексикатор; хімічна склянка; лійки; нітратна кислота (ρ=1,43 г/$см^3$); сульфатна кислота (ρ=1,83 г/$см^3$); розчин нітратної кислоти HNO3:H2O=1:1; вимірювальні колби об'ємом 100 та 1000 $см^3$; муфельна піч; атомно-абсорбційний спектрофотометр С-115 М1.

Підвищений уміст важких металів у рослинах і організмах тварин може зумовити їх перенесення до складу харчових продуктів. Наприклад, Кадмій відкладається у зернах рису внаслідок використання для зрошення промислових стічних вод електролітичних виробництв. Зерна пшениці, подібно до рису, акумулюють Цинк і Плюмбум, тому за недотримання певних вимог борошно може бути забруднене цими металами.

Планктон і риба легко поглинають з морської води Арсен, Меркурій, Плюмбум, Кадмій і при необережному використанні є джерелом забруднення харчових продуктів.

Фунгіциди, інсектициди, гербіциди, які використовуються в сільському господарстві містять у своєму складі Купрум, Арсен, Плюмбум, Меркурій. Їх використовують для обробки овочів і фруктів, звідки вони потрапляють до їжі, напоїв, а після вживання − до організму людини.

Підвищений уміст Арсену у м'ясі тварин може спричинити препарат ортоарсенатної кислоти, який використовують як стимулятор росту маси тварин.

До готового продукту метали можуть переходити з тари, якщо хімічно вона нестійка до того продукту, який у ній зберігається.

Сполуки Феруму у фруктових соках можуть бути природного та техногенного походження. Останні потрапляють у продукти з поверхні металевих подрібнювачів, пресів, ємностей для зберігання тощо. Підвищений уміст Феруму призводить до втрати соком органолептичних та споживчих властивостей.

Порядок виконання

Суть роботи – визначення вмісту йонів Феруму методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії після перетворення інгредієнтів соку у золу спалюванням.

Підготовка зразків соку до аналізу. Оскільки значна кількість Феруму в соках перебуває як органічні сполуки, пряме атомно-абсорбційне визначення його вмісту неможливе. Для цього проводять попередню мінералізацію соку. На електроплиті у фарфоровій чашці випаровують 100 $см^3$ досліджуваного соку до утворення желеподібної консистенції. У чашку додають 5 $см^3$ концентрованої сульфатної кислоти, збільшують температуру і нагрівання продовжують до повного обвуглювання вмісту чашки. Потім чашку вміщують у муфельну піч, спалюють за температури 450÷500 °С до утворення золи сірого або злегка кремового забарвлення. Чашку виймають, охолоджують в ексикаторі не менше 20 хв. Для розчинення золи додають 10 $см^3$ розчину нітратної кислоти (1:1), вміст чашки кількісно переносять у вимірювальну колбу об'ємом 100 $см^3$. Об'єм розчину доводять дистильованою водою до позначки, ретельно перемішують.

Приготування стандартного розчину Феруму з концентрацією 1 мг/$см^3$

На аналітичних терезах зважують 1,0000 г металічного Феруму, переносять у хімічну склянку і розчиняють у мінімальній кількості концентрованої нітратної кислоти. Після повного розчинення вміст склянки кількісно переносять у вимірювальну колбу об'мом 1000 $см^3$, доводять дистильованою водою до позначки, перемішують.

Приготування робочого стандартного розчину Феруму з концентрацією 0,01 мг/$см^3$. Розчин готують методом розведення. У вимірювальну колбу об'ємом 1000 $см^3$ піпеткою вносять 10,00 $см^3$ стандартного розчину, доводять до позначки дистильованою водою, перемішують.

Побудова калібрувального графіка. Готують серію стандартних розчинів. Для цього в чотири пронумеровані вимірювальні колби об'ємом 100 $см^3$ за допомогою піпетки вносять 0, 1, 3 і 5 $см^3$ робочого стандартного розчину, який містить 0,01 мг/$см^3$ Феруму, доводять дистильованою водою до позначки, перемішують. Отримані розчини послідовно, у порядку зростання концентрацій, подають в атомізатор атомно-абсорбційного спектрофотометра, фіксують оптичні густини на довжині поглинання атомів Феруму – 248,3 нм. За отриманими результатами будують графічну залежність D=f(C).

Визначення вмісту Феруму. За тих же умов визначають оптичну густину приготовленого розчину з досліджуваного соку. Вимірювання проводять тричі. Знаходять середнє арифметичне значення оптичної густини і за калібрувальним графіком визначають вміст Феруму у розчині, котрий чисельно дорівнює концентрації Феруму у досліджуваному соці.

Спостереження записують у лабораторний зошит та роблять висновки.

Література

1. Безпечність продовольчої сировини та продуктів харчування : метод. вказівки до лабор. робіт для здобувачів вищої освіти першого (бакалаврського) рівня спеціальності 181 «Харчові технології» / уклад.: Буяльська Н.П., Челябієва В.М., Денисова Н.М. Чернігів: НУЧП, 2021. 112 с.
2. Харчова та санітарна токсикологія : навчальний посібник / О.В. Кузьмін, В.М. Ісаєнко, Л.М. Акімова, В.В. Кійко, А.М. Куц, О.В. Матиящук. Херсон : ОЛДІ-ПЛЮС, 2020. 556 с.
3. Контроль якості та безпеки продуктів галузі : метод. рекомендації до виконання лабор. робіт для студентів напряму 6.051701 «Харчова технологія та інженерія» ден. та заоч. форм навч. / уклад.: Т. І. Романовська. К.: НУХТ, 2012. 25 с.
4. Забезпечення та хімічний контроль якості харчових продуктів : навч. посібник / Р. П. Влодарчик, І. М. Кобаса, М. М. Воробець та ін. Чернівці : Чернівецький нац. ун-т, 2015. 336 с.
5. Атомно-абсорбційний аналіз на вміст важких металів сировини, об’єктів довкілля та харчових продуктів: навч. посібник / В. Т. Білоголовка, І. М. Кобаса. Чернівці: Чернівецький нац. ун-т, 2010. 108 с.
6. Методи контролю якості харчової продукції : навч. посібник / О. І. Черевко та ін.; за ред. Л. М. Крайнюка. Київ : Кондор, 2016. 512 с.
7. Теоретичні основи безпеки харчових продуктів [Електронний ресурс]: лабор. практикум / уклад.: С. І. Усатюк, Д. Д. Харгелія, К. В. Золотоверх. К.: НУХТ, 2017. 56 с.
8. Оцінка якості та безпечності продукції: навч. посібник / М. Ф. Клещев, Т. Д. Костиркіна, Н. Ю. Масалітіна. Харків: НТУ «ХПІ», 2011. 256 с.
9. Актуальні проблеми галузі: методичні вказівки щодо виконання лабораторних робіт для студентів спеціальності «Технології зберігання та переробки водних біоресурсів» / уклад.: Т. К. Лебська, Н. В. Голембовська. К.: АГРАР МЕДІА ГРУП, 2014. 37 с.
10. Безпека харчових продуктів: антиаліментарні фактори, ксенобіотики, харчові добавки: навчальний посібник / Л. В. Кричковська, А. П. Бєлінська, В. В. Анан’єва та ін. Харків: НТУ «ХПІ», 2017. 98 с.

ЗМІСТ

ВСТУП…… 3

Лабораторна робота 1

Визначення вмісту нітратів у рослинній сировині та продукції фотометричним методом ……... 4

Лабораторна робота 2

Ветеринарно-санітарна оцінка якості та безпечності сировини тваринного походження……..……..…….. 7

Лабораторна робота 3

Визначення вмісту фенолів у копчених виробах……. 11

Лабораторна робота 4

Ветеринарно-санітарна оцінка якості свіжої риби…..……..... 13

Лабораторна робота 5

Оцінка якості та безпечності рибних пресервів..... 16

Лабораторна робота 6

Визначення вмісту аспартаму в безалкогольних напоях……..... 19

Лабораторна робота 7

Визначення ступеня окиснювального псування тваринного жиру……... 22

Лабораторна робота 8

Визначення вмісту важких металів у природних водах методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії з попереднім їхнім екстракційним концентруванням……. 25

Лабораторна робота 9

Кількісне атомно-абсорбційне визначення йонів Феруму у фруктових соках…… 27

Література…… 30

Навчальне видання

ОЦІНКА БЕЗПЕКИ І ЯКОСТІ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

Методичні рекомендації до лабораторних робіт

Укладачі : **Сема** Оксана Василівна
Сачко Анастасія Валеріївна

Відповідальний за випуск *Кобаса І.М.*
Літературний редактор *Ряднова В.П.*

Підписано до друку 9.11.2020. Формат 60x84/16.
Папір офсетний. Друк офсетний. Ум. друк.арк.....
Обл.-вид. арк. Тираж 50. Зам.
Видавництво та друкарня Чернівецького національного університету
58002, Чернівці, вул. Коцюбинського, 2
e-mail: ruta@chnu.edu.ua

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК №981 від 08.04.2002 р.