

Е.К. Кувшинова, Л.Г. Стрельцова

ПИЩЕВАЯ ХИМИЯ

Лабораторный практикум



МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ДЕПАРТАМЕНТ НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПОЛИТИКИ И ОБРАЗОВАНИЯ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ФГБОУ ВПО ДГАУ)
АЗОВО-ЧЕРНОМОРСКИЙ ИНЖЕНЕРНЫЙ ИНСТИТУТ
ФГБОУ ВПО «ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
В Г. ЗЕРНОГРАДЕ

Кафедра агрономии и селекции
сельскохозяйственных культур

Е.К. Кувшинова, Л.Г. Стрельцова

ПИЩЕВАЯ ХИМИЯ

Лабораторный практикум

Утверждено на заседании кафедры
агрономии и селекции с.-х. культур
Протокол № 7 от 28 апреля 2015 года

Рекомендовано к изданию
методической комиссией по направлению
260100.62 «Продукты питания
из растительного сырья»
Протокол № 5 от 18 мая 2015 года

Зерноград
2015

УДК 658.562:664

Кувшинова Е.К., Стрельцова Л.Г. Пищевая химия: лабораторный практикум.
– Зерноград: АЧИИ ФГБОУ ВПО ДГАУ, 2015. – 60 с.

Учебно-методическое пособие включает краткие теоретические сведения и методические указания к лабораторным работам по дисциплине «Пищевая химия». В пособии приведены примеры расчетов отдельных показателей и вопросы для контроля знаний студентов.

Практикум предназначен для студентов, обучающихся по направлению подготовки 19.03.02 «Продукты питания из растительного сырья» (профили «Технология хранения и переработки зерна», «Технология продуктов общественного питания») при выполнении лабораторных занятий и направлен на закрепление теоретических знаний по дисциплине.

Составители: профессор кафедры агрономии
и селекции с.-х. культур,
кандидат с.-х. наук Е.К. Кувшинова;
доцент кафедры агрономии
и селекции с.-х. культур,
кандидат с.-х. наук Л.Г. Стрельцова

Рецензент: профессор кафедры агрономии
и селекции с.-х. культур,
доктор с.-х. наук Л.П. Бельтюков

© Е.К. Кувшинова, Л.Г. Стрельцова, 2015
© АЧИИ ФГБОУ ВПО ДГАУ, 2015

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	4
Лабораторная работа № 1. Отбор и подготовка растительных образцов к анализу	6
Лабораторная работа № 2. Определение влажности, гигроскопической влаги и сухого вещества в анализируемом материале	12
Лабораторная работа № 3. Определение содержания белка в зерне и зернопродуктах	16
Лабораторная работа № 4. Проведение качественных реакций на белки	22
Лабораторная работа № 5-6. Определение количественных и качественных показателей жира	29
Лабораторная работа № 7. Определение содержания крахмала в картофеле	36
Лабораторная работа № 8. Определение содержания минеральных веществ	41
Лабораторная работа № 9. Определение содержания витамина С	45
Глоссарий.....	51
Литература.....	55
Приложения.....	56

ПРЕДИСЛОВИЕ

Целью данного учебного пособия является формирование у студентов теоретических знаний о химическом составе растительного пищевого сырья и готовых продуктов из него; понимания взаимосвязи структуры и свойств пищевых веществ и их влияния на свойства, и пищевую ценность продуктов питания; освоение специальных методов исследования химии зерна и продуктов переработки.

Материал, изложенный в лабораторном практикуме, направлен на овладение студентами следующих профессиональных компетенций:

- способностью определять и анализировать свойства сырья и полуфабрикатов, влияющие на оптимизацию технологического процесса и качество готовой продукции, ресурсосбережение, эффективность и надежность процессов производства (ПК-1);

- владеть методами технохимического контроля качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий (ПК-3);

- способностью использовать в практической деятельности специализированные знания фундаментальных разделов физики, химии, биохимии, математики для освоения физических, химических, биохимических, биотехнологических, микробиологических, теплофизических процессов при производстве продуктов питания из растительного сырья (ПК-5);

- готовностью проводить измерения и наблюдения, составлять описания проводимых исследований, анализировать результаты исследований и использовать их при написании отчетов и научных публикаций. (ПК-14).

В результате выполнения заданий, предложенных в лабораторном практикуме студенты должны:

Знать:

- закономерности строения и свойства основных химических соединений, входящих в состав растительного пищевого сырья и готовых продуктов; макро- и микронутриенты, закономерности их превращения при хранении и переработке сырья; (ПК-1);

- основные свойства сырья, влияющие на технологические процессы и качество готовой продукции; медико-биологические требования, требования СанПиН к качеству и безопасности сырья, полуфабрикатов и готовых изделий (ПК-3);

- основные химические компоненты сырья, их роль в различных технологических процессах; основы биохимии пищеварения, принципы и теории питания; взаимосвязь структуры и свойств пищевых веществ и их влияние на свойства и пищевую ценность продуктов питания (ПК- 5);

- способы применения полученных знаний и умений в области пищевой химии для оценки химических показателей сырья, полуфабрикатов и готовой продукции (ПК-14);

Уметь:

- проанализировать изменения в химическом составе, пищевой ценности и потребительских свойствах продукции, происходящие в процессе хранения и переработки продукции растениеводства (ПК-1);
- проводить количественный и качественный анализ компонентов растительного сырья и пищевых продуктов (ПК-3);
- выявлять роль физико-химических, биохимических, микробиологических процессов в формировании свойств стабильных пищевых систем; использовать знания химических основ растительного сырья и общих принципов его переработки (ПК-5);
- подбирать методы исследования сырья и продукции из него; грамотно организовать проведение анализа, выполнение измерений и наблюдений, обработку экспериментальных данных и их интерпретацию (ПК-14);

Владеть:

- методами определения макро-, микронутриентов и воды в пищевых продуктах; методами проведения стандартных испытаний по определению показателей качества сырья, полуфабрикатов и готовой продукции (ПК-1);
- методами оценки качества и технологической пригодности сельскохозяйственной продукции (ПК-3);
- навыками применения в практической деятельности базовых знаний в области химии растительного сырья и продуктов питания (ПК-5);
- современными аналитическими методами исследования химического состава и свойств растительного сырья и продуктов питания; навыками проведения лабораторных исследований для решения профессиональных задач (ПК-14).

Лабораторная работа № 1

ОТБОР И ПОДГОТОВКА РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ К АНАЛИЗУ

Цель работы: изучить правила техники безопасности при исследованиях, освоить подготовку образцов к анализам, научиться определять влажность, содержание гигроскопической влаги и сухого вещества в пробах и приобрести практический навык выполнения анализа.

Материалы и оборудование:

1. Журнал по технике безопасности.
2. Ступки и пестики.
3. Сито лабораторное с диаметром ячеек 1-2 мм.
4. Мельница для размола растительных проб МРП-2.
5. Пакеты и бюксы для хранения исследуемых образцов.
6. Этикетки, карандаши.

Продолжительность работы: 2 часа.

Техника безопасности согласно правилам, имеющимся в аудитории.

Задание 1. Изучить правила поведения и техники безопасности при выполнении анализов в лаборатории.

Задание 2. Изучить особенности подготовки оборудования и лабораторной посуды к анализу, требования, предъявляемые к чистоте химпосуды.

Задание 3. Ознакомиться с требованиями, предъявляемыми к отбираемым образцам растений и продуктам их переработки, освоить методики подготовки растительных проб к анализу.

Задание 4. Подготовить отобранные пробы зерна и семян к анализу.

Основные положения

1. Правила техники безопасности в лаборатории

1. Работать в лаборатории необходимо в халате.
2. Каждый должен работать на закрепленном за ним рабочем месте.
3. Рабочее место следует поддерживать в чистоте, не загромождать его посудой и посторонними вещами.
4. К выполнению каждой лабораторной работы можно приступить только после получения инструктажа по технике безопасности и разрешения преподавателя.
5. Приступая к работе, необходимо изучить ее методику и правила ее безопасного выполнения.
6. Эксперимент необходимо проводить в точном соответствии с его описанием в методических указаниях, строго придерживаясь последовательности выполнения и использования реактивов.

7. В ходе работы пользоваться только чистой, сухой лабораторной посудой; для отмеривания каждого реактива нужно иметь свою мерную посуду (пипетки, бюретки, мензурку, мерный цилиндр или мерный стакан).
8. При работе с кислотами, щелочами, легковоспламеняющимися жидкостями и другими реактивами, химпосудой, электрооборудованием строго следовать правилам их использования (приложение 1).
9. Избыток реактива не следует выливать обратно в емкость, чтобы его не испортить.
10. При нагревании реактивов или их смеси, необходимо строго следовать способам нагрева: на водяной бане и/или на электроплитке, слабое или сильное нагревание. Сильно летучие горючие вещества не нагревать на открытом огне.
11. Не допускать проливания химических веществ на одежду, руки, пол и стол.
12. Работать нужно аккуратно, добросовестно, внимательно, экономно; быть наблюдательным, рационально и правильно использовать время, лабораторное оборудование и реактивы.
13. По окончании работы следует привести в порядок свое рабочее место: тщательно вымыть химпосуду, протереть поверхность рабочего лабораторного стола, закрыть водопроводные краны, выключить электрические приборы.
14. В лаборатории запрещается принимать пищу, пить воду.

По окончании изучения Правил по технике безопасности студенты должны расписаться в лабораторном журнале.

2. Подготовка оборудования и лабораторной посуды к анализу

Подготовка оборудования к проведению аналитических работ должна проводиться в соответствии с руководством по эксплуатации. Включает, как правило, заблаговременное включение прибора и его прогрев в течение 20-30 минут. Очень многие весы и средства измерения нуждаются в калибровке, которую осуществляют согласно инструкции к прибору.

Чистота химпосуды является залогом успешного проведения анализа и позволяет свести к минимуму погрешность полученных результатов.

Для мытья лабораторной посуды употребляют 0,2-1%-й раствор гидроксида натрия (NaOH), 0,5-2%-й раствор кальцинированной соды (Na_2CO_3), 10%-й раствор фосфата натрия (Na_3PO_4), хромовую смесь.

При пользовании этими растворами внутрь посуды можно помещать кусочки мягкой бумаги, которая при встряхивании способствует быстрому удалению загрязнений. При мойке стеклянной посуды нельзя применять речной песок, под действием которого на поверхности посуды могут образоваться царапины и нарушиться прочность. Когда требуется особая чистота посуды (при приготовлении титрованных растворов, мойке пипеток, бюреток и т. п.)

или когда она плохо отмывается, следует применять хромовую смесь. Для ее приготовления наливают в бутылку 0,5 л концентрированной серной кислоты и всыпают при помешивании 50-60 г мелко измельченного двуххромовокислого калия (хромпик - $K_2Cr_2O_7$). Эта смесь имеет оранжево-красный цвет. Для мытья посуды смесь используют до тех пор, пока она не приобретает ярко-зеленый оттенок.

Признак чистой посуды - равномерное стекание по внутренним стенкам промывной воды без наличия в ней отдельных капель и струек.

В зависимости от характера загрязнения химическую посуду моют различными способами:

- Бутылочки, колбы, пипетки, стаканы и другую стеклянную посуду после окончания работы нужно сполоснуть теплой (35-45°C) или холодной водой, а затем тщательно промыть ершами в горячем 1-2% -м содовом растворе, после этого вновь сполоснуть водопроводной, а в некоторых случаях дистиллированной водой и высушить.
- Из мерной посуды (бюреток, пипеток, колб, мензурок) после работы вылить остатки растворов, а затем промыть их водопроводной и дистиллированной водой.
- При промывании пипеток хромовой смесью ее втягивают с помощью резиновой груши до самого верха пипетки. Можно пипетки поместить в высокий цилиндр, залить хромовой смесью и оставить на некоторое время. Бюретки наполнить хромовой смесью через воронку.
- Посуду после промывания хромовой смесью сполоснуть несколько раз чистой водой и затем 2-3 раза дистиллированной водой. Бюретки из-под перманганата калия от бурого налета отмывают раствором щавелевой кислоты.

Сушат лабораторную посуду в сушильных шкафах или на сушильных досках с колышками. При необходимости после стекания воды ее помещают в сушильный шкаф на фильтровальную бумагу.

Пипетки тщательно моют содовым раствором, ополаскивают 4-5 раз водопроводной водой, а затем 2-3 раза дистиллированной. Если на стенках пипетки остаются капельки воды, значит она недостаточно чистая. В этом случае необходимо промыть хромовой смесью, вновь ополоснуть водопроводной и дистиллированной водой.

3. Отбор и подготовка проб к анализу

При отборе пробы необходимо стремиться к тому, чтобы ее химический состав правильно отражал состав всего анализируемого объекта. Если это условие не соблюдено и проба не характеризует объект как целое, то весь анализ, даже самый точный, теряет смысл.

Отбор пробы - ответственный этап работы, требует определённых навыков и опыта. Ошибки при отборе пробы и подготовке к анализу не компенсируются качественной аналитической обработкой собранного материала.

Критерием оценки правильного отбора пробы является сходимость результатов химического анализа при параллельных определениях.

Задачи исследователя - сократить до минимума срок от взятия пробы до проведения анализа или фиксации растительного материала. Снижения скорости реакций можно добиваться работой со свежими растениями на холоде в климатокамере (+4°C), а также кратким хранением в бытовом холодильнике. В свежем растительном материале при естественной влажности проводят определение водорастворимых форм белков, углеводов, ферментов, калия, фосфора, определяют содержание нитратов и нитритов. С небольшой погрешностью эти определения можно выполнять в образцах растений после лиофильной сушки.

В фиксированных воздушно-сухих образцах определяют все макроэлементы, т.е. зольный состав растений, общее содержание белков, углеводов, жиров, клетчатки, пектиновых веществ. Высушивание растительных образцов до абсолютно-сухой массы для проведения анализа недопустимо, так как нарушается растворимость и физико-химические свойства многих органических соединений, происходит необратимая денатурация белков. При анализе технологических свойств любых объектов, допускается сушка при температуре не более 30°C. Повышенные температуры изменяют свойства белково-углеводных комплексов в растениях и искажают результаты определения.

Сохранение органических и зольных веществ в растительных пробах в количествах, близких к их естественному состоянию, осуществляется за счёт фиксации растительного материала. Применяется температурная фиксация и лиофильная сушка. В первом случае стабилизация состава растений осуществляется за счёт инактивации ферментов, во-втором - за счёт сублимации, при этом растительные ферменты сохраняются в активном состоянии, белки не денатурируют.

Температурная фиксация растительного материала проводится в сушильном шкафу. Растительный материал помещают в пакеты из плотной бумаги типа «крафт» и загружают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 105-110°C. После загрузки выдерживают температуру 90-95°C в течение 10-20 минут в зависимости от свойств растительного материала. При такой температурной обработке за счёт паров воды происходит инактивация растительных ферментов.

По окончании фиксации растительный материал должен быть влажным и вялым при этом он должен сохранить свою окраску. Дальнейшее высушивание пробы проводят при доступе воздуха в открытых пакетах при температуре 50-60 °C в течение 3-4 ч. Превышать указанные интервалы температуры и времени не следует. Длительное нагревание при высокой температуре при-

водит к термическому разложению многих азотсодержащих веществ и карамелизации углеводов растительной массы.

Растительные образцы с большим содержанием воды - корнеплоды, фрукты, ягоды и т.п. разделяют на сегменты так, чтобы в анализ попали периферийные и центральная части плода. Набор сегментов для пробы составляют из сегментов больших, средних и маленьких плодов или клубней в соответствующем соотношении их в урожае. Сегменты средней пробы измельчают и фиксируют в эмалированных кюветах. Если образцы объёмны, то надземную часть растений непосредственно перед фиксацией измельчают и быстро закрывают в пакеты. Если в образцах предполагается определение только набора химических элементов, их можно не фиксировать, а высушить при комнатной температуре. Высушивание растительного материала лучше провести в термостате при температуре 40-60 °С так как при комнатной температуре возможно загнивание массы и загрязнение пылевыми частицами из атмосферы. Не подвергают температурной фиксации образцы зерна и семян, но высушивают их при температуре не выше 30°С.

Размол растений проводят в воздушно-сухом состоянии. Скорость размола увеличивается, если образцы предварительно подсушиваются в термостате. Отсутствие в них гигроскопической влаги определяется визуально: хрупкие, легко разламывающиеся в руках стебли и листья - наиболее пригодный материал для размола.

Для размола объёмных образцов, весом более 30 г, используют лабораторные мельницы (типа МРП-2), для размола небольших проб используют бытовые кофемолки. При очень малых количествах растительные пробы измельчают в фарфоровой ступке с последующим пропусканием материала через сито.

Измельчённый материал просеивается через сито. Диаметр отверстий зависит от специфики анализа: от 1 мм до 0,25 мм. Часть материала, не прошедшая через сито, повторно измельчается на мельнице или в ступке. «Отброс» растительного материала не допускается, так как это изменяет состав средней пробы. При большом объёме размолотых образцов можно снизить объём, перейдя от средней лабораторной пробы к средней аналитической, вес последней составляет 10-50 г, а для зерна не менее 100 г.

Хранить измельченные растительные пробы можно в бумажных пакетах или алюминиевых бюксах. Регистрация проб в лабораторных журналах проводится обязательно.

4. Представительность и репрезентативность среднего образца

Лабораторные (зерновые, растительные) пробы и навески должны быть представительными, или репрезентативными. Анализ бессмыслен, если состав навески не соответствует составу (зерновой, растительной) пробы в целом. Неправильное составление лабораторной пробы может обесценить лю-

бой, даже выполненный самым тщательным образом, анализ. Чтобы навески были представительными, из первичной (зерновой, растительной) пробы берут среднюю лабораторную пробу и аналитические пробы для конкретных видов анализа. Аналитические пробы составляют из большого числа порций средней лабораторной (зерновой, растительной) пробы, взятых произвольно из разных ее участков. Однако даже в тех случаях, когда аналитические пробы составляются грамотно, то есть из большого числа порций средней лабораторной пробы, они никогда не имеют точно такого же состава, как проба в целом.

Подготовка отобранных проб зерна и семян к анализу

Порядок выполнения работы:

1. Изучить реестр растительных образцов (зерна (семян)).
2. Подготовить их к анализу: освободить от сорной и зерновой примесей и т.д. в зависимости от определяемых показателей.
3. Высушить их в сушильном шкафу и измельчить на мельнице для растительных проб МРП-2 или на лабораторной мельнице типа кофемолки, добиваясь полного их измельчения.
4. Просеять пробы через сито с диаметром отверстий 0,25-1,00 мм (в зависимости от вида анализа). Поместить пробы в бюксы или бумажные пакеты, пронумеровав их в соответствии с номером в лабораторном журнале.
5. Сделать соответствующие записи на пакетах с образцами и в лабораторном журнале для растительных образцов.

Контрольные вопросы

1. Каковы основные правила работы с химическими реактивами, легковоспламеняющимися веществами?
2. Каковы основные меры первой помощи при отравлении химическими реактивами?
3. Как правильно подготовить оборудование и химпосуду к анализу?
4. Что понимают под средней лабораторной пробой и аналитической пробой для конкретного вида анализа?
5. Как правильно отобрать и подготовить растительную пробу к анализу?
6. Почему недопустимо длительное нагревание растительных образцов при высокой температуре при их подготовке к анализу?

Лабораторная работа № 2
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ, ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ
ВЛАГИ И СУХОГО ВЕЩЕСТВА В РАСТИТЕЛЬНЫХ ПРОБАХ**

Цель работы: научиться определять влажность, содержание гигроскопической влаги и сухого вещества в анализируемом материале и приобрести практический навык при выполнении данного анализа.

Материалы и оборудование:

1. Весы лабораторные.
2. Шпатели.
3. Бюксы лабораторные.
4. Сушильные шкафы СЭШ-3М.
5. Щипцы.
6. Образцы зерна (семян) различных сельскохозяйственных культур.

Продолжительность работы: 2 часа.

Задание 1. Изучить методики и определить влажность, гигроскопическую влагу и сухое вещество в растительных пробах.

Задание 2. Провести сравнительный анализ исследуемых образцов по содержанию сухого вещества и сделать вывод.

Основные положения

**1. Методика определения влажности, гигроскопической влаги
и сухого вещества в растительных пробах**

Параллельно с определением содержания какого-либо вещества в зерне, семенах и продуктах их переработки обязательно отбирают пробу для определения влажности.

Для анализа используют семена зерновых и зернобобовых культур, предварительно размолотые на лабораторной мельнице. Из разных мест размолотой массы отбирают две навески по 5 граммов и каждую из них в предварительно взвешенных бюксах помещаем в нагретый на 10-12 °С выше требуемой температуры сушильный шкаф. Семена высушивают в течение определенного времени при установленной температуре (таблица 1).

По окончании высушивания бюксы достают из сушильного шкафа, закрывают их крышками и охлаждают в эксикаторе 10-15 мин. После этого бюксы взвешивают с точностью до сотых грамма и вычисляют влажность (W , %) зерна (семян) в процентах:

Таблица 1 – Условия при определении влажности зерна (семян)

Культура	Подготовка семян перед высушиванием	Температура высушивания, °С	Время высушивания, мин
Зерновые и зернобобовые	Размалывают на лабораторной мельнице	130	40
Лен, горчица, травы	Высушивают целыми	130	60
Соя, клещевина	Размалывают на лабораторной мельнице	130	30
Подсолнечник	Высушивают целыми	130	40

$$W = \frac{M_3 - M_2}{M_1} \times 100, \quad (1)$$

где M_3 – масса бюкса с навеской до высушивания, г;

M_2 – масса бюкса с навеской после высушивания, г;

M_1 – масса взятой навески (5 г).

В случае расхождения между показателями двух навесок более 0,2 % определение влажности повторяют.

Содержание сухого вещества находят по формуле:

$$CB = 100 - W, \quad (2)$$

где CB – сухое вещество, %;

W – влажность, %.

Анализируемый материал, находящийся в соприкосновении с воздухом, поглощает некоторое количество воды, содержащейся в нем в виде пара. Эта поглощенная из воздуха вода называется гигроскопической влагой.

При химическом анализе количественное содержание той или иной составной части рассчитывается на сухое вещество. Поэтому перед анализом определяют гигроскопическую влагу материала и, тем самым находят количество в нем абсолютно сухого вещества.

Определение гигроскопической влаги основано на том, что поглощенная материалом вода испаряется при температуре 100—105°С. При проведении анализов на гигроскопическую влагу растительного материала, особенно семян масличных культур, ошибка, возникающая от окисления органических веществ, может быть еще значительнее. Поэтому в таких случаях принимают различные меры, снижающие окисляемость веществ.

Определение гигроскопической влаги сводится к взятию навески анализируемого материала, высушиванию его до удаления гигроскопической воды и взвешиванию абсолютно сухого материала. Чтобы избежать грубых ошибок, проводят не менее двух параллельных анализов.

Через 3 часа бюксы вынимают щипцами с резиновыми наконечниками, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (опять сначала на теххимических, а потом на аналитических весах). Затем пробу высушивают еще 2 часа, охлаждают и снова взвешивают (теперь уже сразу на аналитических весах — масса изменится очень мало). Если результат второго взвешивания отличается от первого не более чем на 0,0002 г, высушивание прекращают. Если после второго высушивания вес оказался больше (вследствие окисления органических веществ), высушивание не повторяют, а берут меньший вес, то есть результат первого взвешивания. Если вес продолжает убывать, то пробу высушивают еще в течение 1 часа.

Однако опытом установлено, что при температуре 100—105° проба за 5 часов высушивается полностью. Поэтому обычно ее выдерживают один раз в течение 6 часов при этой температуре, а затем бюксы закрывают, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

При определении гигроскопической влаги в воздушно-сухом растительном материале его следует измельчить (мелкие семена, например, горчицы не измельчают). Берут навески 3—5 г в широкие (диаметром 3,5—5 см), сухие и взвешенные бюксы. Высушивают при 100—105° в течение 6 часов и обязательно убеждаются в полноте высушивания, то есть после взвешивания сушат еще 1,5—2 часа и снова взвешивают. Лучше высушивать 17—18 часов при 85—95°, и затем в течение часа при 105°. В этом случае в повторном высушивании нет необходимости.

Количество сухого вещества (X , %) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(c - a)}{(b - a)} \times 100, \quad (3)$$

где a — масса пустого бюкса, г;

b — масса бюкса с исходной навеской растительного материала, г;

c — масса бюкса с образцом после высушивания, г.

Содержание гигроскопической влаги (Y , %) можно рассчитать по формуле:

$$Y = \frac{(b - c)}{(c - a)} \times 100, \quad (4)$$

где a — масса пустого бюкса, г;

b — масса бюкса с исходной навеской растительного материала, г;

c — масса бюкса с навеской растительного образца после высушивания, г.

В данном примере сумма процента сухого вещества и влаги больше 100. Это объясняется своеобразностью способа выражения влажности: процент ее здесь означает не долю, которую составляет влага от веса исходного

вещества, а показывает, сколько граммов воды поглощено 100 г абсолютно сухого вещества.

2. Порядок проведения анализа растительных проб на влажность, гигроскопическую влагу и сухое вещество

1. Отобрать навески растительных проб.
2. Определить влажность, гигроскопическую влагу и сухое вещество в них.
3. Рассчитать содержание сухого вещества в образцах.

Контрольные вопросы

1. Какие существуют способы выражения влажности сырья и/или растительных объектов.
2. Какова методика определения влажности, гигроскопической влаги и сухого вещества в растительных пробах.
3. Какова методика расчета сухого вещества в образцах.

Лабораторная работа № 3
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ БЕЛКА В ЗЕРНЕ И
ЗЕРНОПРОДУКТАХ**

Цель работы: освоить методику определения общего азота по методу Кьельдаля и рассчитать содержание белка в зерне, семенах и/или пищевых продуктах;

Материалы и оборудование:

1. Полуавтоматическая установка Кьельдаля UDK-132.
2. Колбы плоскодонные.
3. Отраслевой стандартный образец (ОСО) состава зерна пшеницы молотого (ЗПМ- 01).
4. Весы лабораторные.
5. Щипцы.
6. Шкаф сушильный СЭШ-3М.
7. Лабораторная мельница.
8. Химреактивы.
9. Образцы зерна, муки, семян различных сельскохозяйственных культур.

Продолжительность работы – 2 часа.

Задание 1. Изучить метод определения содержания белка методом Кьельдаля.

Задание 2. Провести анализ зерна и продуктов переработки.

Основные положения

1. Определение общего азота по методу Кьельдаля
1.1 Принцип метода

Одним из важнейших показателей качества продукции, определяющим ее пищевую ценность, является содержание 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.

Навеску анализируемого материала кипятят с концентрированной серной кислотой. При этом углерод органических веществ окисляется до диоксида углерода, водород – до воды; азот (отрицательно заряженный трехвалентный) превращается в аммиак, который с серной кислотой, взятой в избытке, образует сульфат аммония. Минерализованную пробу затем подщелачивают, аммиак отгоняют в раствор кислоты, где определяют титрованием.

Азот нитратов и нитритов, ядер гетероциклических соединений в ходе этого процесса в аммонийную соль не превращается.

Причиной того, что методу Кьельдаля, несмотря на более чем 120-летнюю историю, до сих пор не найдено достойной альтернативы, является высокая специфичность выбранной реакции окисления белка серной кислотой: в результате нее разрушаются пептидные связи в его молекуле и образуются ионы аммония, которые в последующем и могут быть легко проанализированы стандартными методами.

Однако воспроизводимость и точность метода Кьельдаля в существенной степени зависит от опыта аналитика. Стремясь свести к минимуму влияние человеческого фактора на результаты анализа, ускорить выполнение методики и повысить ее безопасность, ведущие производители аналитического оборудования разработали специализированные комплекты оборудования для анализа по методу Кьельдаля.

Метод включает в себя несколько основных этапов:

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

Для каждого этапа предусмотрены свои аппаратные решения, которые в настоящее время фактически стали стандартом де-факто и практически полностью заменили действия, выполняемые лаборантом вручную (рисунок 1).

Этим методом определяют не чистый белок, а так называемый «сырой протеин», так как вместе с азотом белка одновременно определяется азот и других соединений: аминокислоты, амиды, алкалоиды (кофеин и др.), неорганические азотсодержащие соединения. Содержание небелковых веществ может достигать 10%.



Рисунок 1 - Полуавтоматическая установка Кьельдаля UDK-132: а) печь для разложения проб в сборе со скруббером; б) установка для перегонки проб с паром

1.2 Определение влажности и сухого вещества в зерне или муке

Параллельно с определением содержания общего азота отбираем пробу для определения влажности. Этот вид анализа был подробно изучен на лабораторной работе № 2.

1.3 Проведение анализа и обработка результатов

Работу по определению общего азота в биологических объектах и пищевых продуктах условно можно разделить на четыре этапа: отбор и подготовка проб, минерализация, отгонка аммиака, титрование и расчет.

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. Параллельно с опытной ставят контрольную пробу с теми же реактивами, но без исследуемого материала.

Этап 2. Мокрое озоление. Самым трудоемким и продолжительным этапом в методе Кьельдаля является стадия мокрого озоления, в результате которого происходит полное "сжигание" образца в серной кислоте. Однако использовать для озоления чистую серную кислоту нецелесообразно из-за низ-

кой 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.

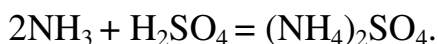
Химизм этого этапа можно выразить следующими уравнениями:

Навеска



материала

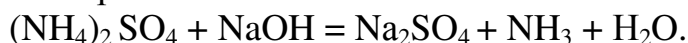
Образующиеся при минерализации диоксид углерода и вода улетучиваются, а аммиак вступает в реакцию с избытком серной кислоты:



Этап 3. Отгонка с паром. Полученный после стадии разложения прозрачный раствор не годится для непосредственного определения в нем аммонийного азота из-за большого содержания мешающих компонентов. Для отделения аммонийного азота он переводится в аммиачную форму (добавлением щелочи) и отгоняется с паром на специальных приборах, называемых дистилляторами или установками для перегонки с паром. По такой же методике производят отгонку содержимого контрольной колбы.

Реакции второго этапа можно записать в виде следующих уравнений:

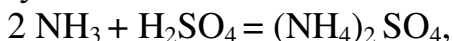
1. В перегонной колбе:



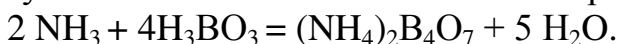
избыток

2. В приемной колбе:

а) при улавливании отгоняемого аммиака раствором серной кислоты –



б) при улавливании отгоняемого аммиака раствором борной кислоты –

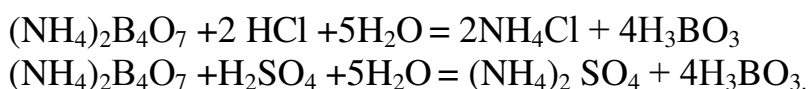


Образовавшийся тетраборат аммония при гидролизе дает щелочную реакцию, и содержимое приемной колбы окрашивается в зеленый цвет.

Этап 4. Определение 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** (используется, например, в экологическом анализе). 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.

Реакции, происходящие при титровании, можно описать следующими уравнениями:



Из приведенных уравнений легко рассчитать, что 1 мл раствора с концентрацией соляной кислоты 0,1 моль/л (серной кислоты 0,05 моль/л) соответствует 0,0014 г азота.

Массовую долю азота в исследуемом материале (X , %) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(a-b) \times T \times 0,0014 \times 100}{m}, \quad (5)$$

где a – объем раствора с концентрацией соляной кислоты 0,1 моль/л (серной кислоты = 0,05 моль/л), израсходованной на титрование опытной пробы, мл;

b – объем раствора той же кислоты, израсходованной на титрование контрольной пробы, мл;

T – титр примененного для опыта раствора соляной (серной) кислоты;

m – масса исследуемого вещества, г.

Массовую долю азота на абсолютно-сухую навеску (X_I , %) рассчитывают по формуле:

$$X_I = \frac{(X \times 100)}{100 - W}, \quad (6)$$

где X – массовая доля азота на воздушно сухую навеску;

W – влажность испытуемого образца, % (определение влажности см. выше).

При отгонке аммиака в раствор серной (соляной) кислоты погон титруют раствором с концентрацией гидроксида натрия (реже калия) 0,1 моль/л до четкого перехода сине-фиолетового цвета в зеленый. В этом случае оттитровывают избыток раствора с концентрацией соляной кислоты 0,1 моль/л (серной - 0,05 моль/л) взятого для поглощения аммиака.

Массовую долю азота в исследуемом материале рассчитывают по приведенной выше формуле с той лишь разницей, что обозначения « a », « b » и « T » относятся не к кислоте, а к щелочи.

Умножая полученную массовую долю азота на 6,25 (фактор пересчета азота в белок), находят содержание в исследуемом материале «сырого» белка. «Сырым» белок в этом случае называют потому, что при расчете исходят не из белкового азота, а из всего азота биологического объекта (или пищевого продукта), определенного методом Кьельдаля.

Для перевода количества азота в содержание белка используют коэффициент 6,25. Принят он потому, что большинство белков содержит 16% азота ($100/6,25 = 16$). Однако более правильным является использование коэффициентов, соответствующих фактическому содержанию сырого белка в каждом его виде. Так, для пшеницы получен коэффициент 5,7, так как ее белки содержат 17,5% азота. Для других белковых ресурсов коэффициенты перевода приняты следующими: 5,7 – рожь, ячмень, овес, семена подсолнечника; 5,8 – соя; 6,25 – кукуруза, мясо; 6,38 – молоко.

Существует и некоторая условность в методе Кьельдаля при расчете количества белка, заключающаяся в использовании переводного коэффициента. Однако, несмотря на недостатки, метод Кьельдаля является унифицированным, он включен в ГОСТы на многие пищевые продукты.

1.4 Порядок проведения анализа зерна, семян и продуктов их переработки

1. Изучить принцип метода определения содержания белка методом Кьельдаля по общему азоту.
2. Провести анализа по методу Кьельдаля.
3. Рассчитать содержание белка в образцах зерна (или семян) и продуктах их переработки.
4. Проанализировать результаты анализа.

Контрольные вопросы

1. В чем состоит принцип метода Кьельдаля?
2. Назовите этапы определения белкового азота в биологических объектах.
3. Что называют мокрым озолением пробы?
4. Укажите коэффициенты для перевода количества азота в содержание белка для различных культур.

Лабораторная работа № 4

ПРОВЕДЕНИЕ КАЧЕСТВЕННЫХ РЕАКЦИЙ НА БЕЛКИ

Цель работы: изучить строение и свойства аминокислот; методики проведения качественных реакций на аминокислоты и белковые вещества сырья и готовых продуктов; освоить качественные реакции на аминокислоты и белки.

Материалы и оборудование:

1. Водяная баня.
2. Термометр лабораторный.
3. Часы.
4. Горелка.
5. Штатив с пробирками.
6. Стеклянные палочки.
7. Капельницы.
8. Пипетки градуировочные.
9. Реактивы: 0,1%-ный раствор нингидрина в 95%-ном растворе ацетона; 10%-ный раствор гидроксида натрия (или калия), реактив Фоля (к 10%-ному раствору ацетата свинца добавляют 10%-ный раствор гидроксида натрия до растворения образовавшегося осадка), концентрированный раствор гидроксида натрия, концентрированная азотная кислота; 10%-ный раствор сульфата меди.
10. Аминокислоты: глицин, аспарагин, цистеин, тирозин.
11. Белковые продукты: желатин, молоко, яйцо (водный раствор белка).

Продолжительность работы – 2 часа.

Задание 1. Провести качественные реакции на карбоновые аминокислоты – глицин, цистеин и аспарагин: нингидриновую реакцию, реакцию Фоля, биуретовую реакцию.

Задание 2. Провести цветную реакцию на циклические аминокислоты (тирозина) – ксантопротеиновую реакцию.

Задание 3. Исследовать белковые пищевые продукты (яичный белок, молоко, желатин) с проведением качественных цветных реакций на белки.

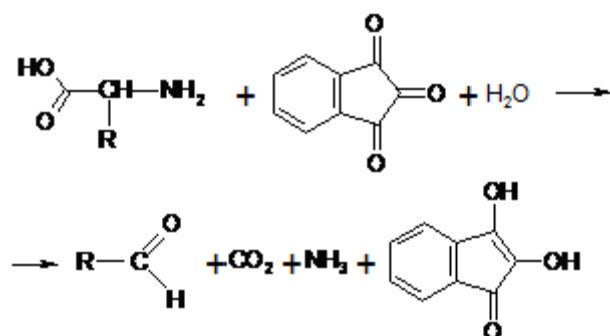
Основные положения

1. Качественные цветные реакции на аминокислоты

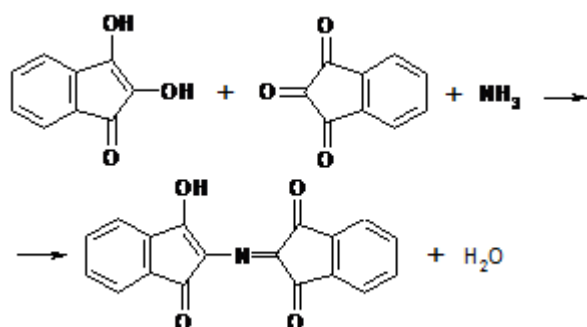
1.1 Нингидриновая реакция

Принцип реакции: в результате взаимодействия α -аминокислоты с нингидрином (трикетогидринденгидратом) образуется окрашенное комплексное соединение.

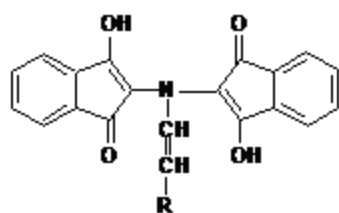
При нагревании (до температуры 70 °С) α-аминокислоты окисляются нингидрином и подвергаются окислительному дезаминированию с образованием аммиака и декарбоксилированию с образованием альдегида и диоксида углерода CO₂, а нингидрин восстанавливается:



Восстановленный нингидрин, конденсируясь с аммиаком и окисленным нингидридом, образует соединение, которое переходит в окрашенную форму, имеющую **сине-фиолетовый** цвет.



В присутствии органических растворителей, на которых готовят раствор нингидрина (ацетон, этанол), возможно протекание побочной реакции с образованием соединения, содержащего в своем составе радикал (*R*) аминокислоты:

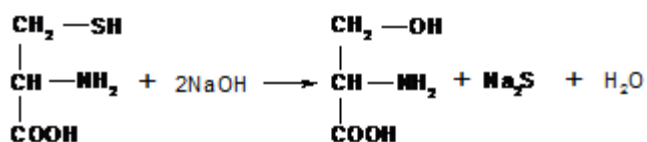


Наличие радикала аминокислоты в составе этого соединения обуславливает **различную окраску (красную, жёлтую, голубую)** соединений, возникающих при реакции аминокислот с нингидрином.

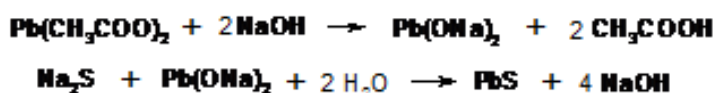
Реакция с нингидрином является специфической для аминокислот, содержащих α-аминогруппу, и характерна как для некоторых карбоновых, так и циклических аминокислот. В реакции глицина с нингидрином образуется комплексное соединение, имеющее **сине-фиолетовую** окраску.

1.2 Реакция Фоля на «слабосвязанную» серу цистеина и цистина

Принцип реакции: при кипячении цистеина и цистина в щелочной среде от них легко отщепляется сера в виде сероводорода, который в щелочной среде образует сульфид натрия. Для цистеина уравнение реакции имеет вид:



Образование сульфида натрия можно обнаружить с помощью ионов тяжелых металлов, например, ионов свинца, образующих с ионами серы нерастворимый сульфид свинца **чёрного** цвета. Для выявления сульфида серы можно использовать ацетат свинца, который при взаимодействии с гидроксидом натрия образует плюмбит натрия. В свою очередь, плюмбит натрия, реагируя с сульфидом натрия, приводит к образованию сульфида свинца:



1.3 Биуретовая реакция на пептидные связи

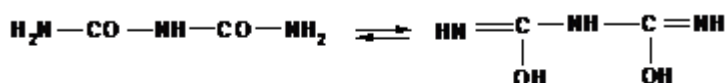
Принцип реакции: аминокислоты, способные образовывать не менее двух пептидных связей (—CO—NH—), в щелочном растворе в присутствии сульфата меди (II) образуют комплексы с атомами меди, окрашенные в **фиолетовый** цвет.

Впервые реакция образования таких комплексных соединений меди была проведена для биурета, поэтому она и названа биуретовой.

Биурет, который может быть получен при нагревании мочевины до температуры 180 °С, не является аминокислотой, но имеет две пептидные связи:



В щелочной среде биурет претерпевает енолизацию по схеме:

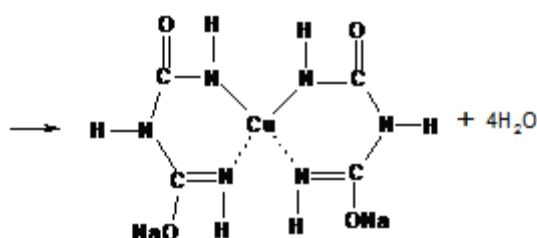


Две молекулы енольной формы биурета взаимодействуют с гидроксидом меди (II) и образуют комплекс, в котором координационные связи образованы за счёт электронных пар атомов азота иминных групп.

Гидроксид меди (II) для проведения биуретовой реакции получают, как правило, в результате реакции взаимодействия сульфата меди (II) с гидроксидом натрия (или калия):



Образование комплекса биурета с медью происходит по следующей схеме:

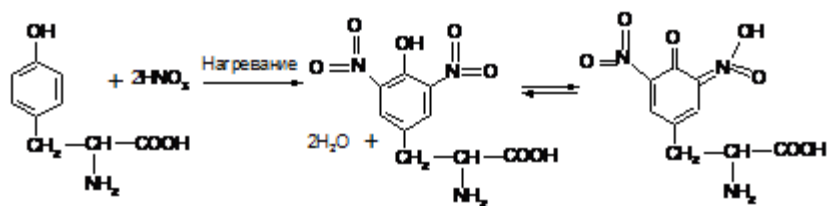


Подобный комплекс с медью могут создавать некоторые аминокислоты, у которых пептидные связи возникают за счёт карбоксильной и аминогрупп. Примером такой аминокислоты может быть аспарагин.

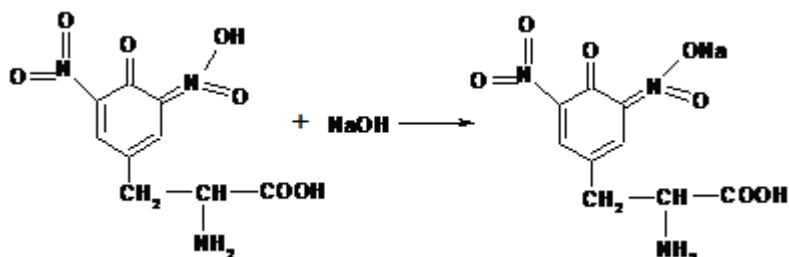
1.4 Ксантопротеиновая реакция

Принцип реакции: В ароматических аминокислотах, содержащих бензольные кольца (тирозин, триптофан, фенилаланин), под действием азотной кислоты происходит реакция нитрования бензольного кольца с образованием окрашенного в **жёлтый** цвет нитrosoсоединения.

Рассмотрим эту реакцию на примере тирозина:



В реакции гидроксида натрия с хиноидной формой динитротирозина образуется натриевая соль динитротирозина, имеющая **оранжевую** окраску:

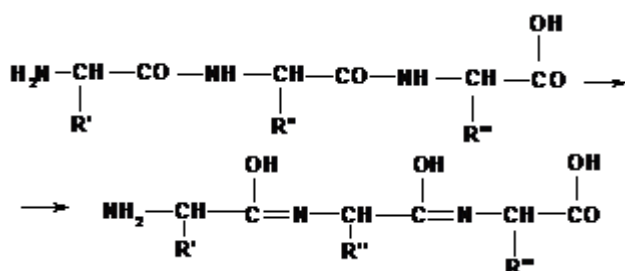


2. Цветные реакции на белки

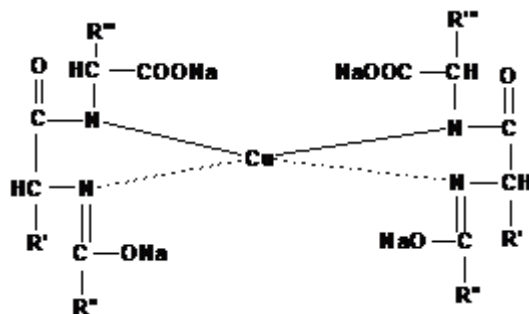
2.1 Биуретовая реакция на обнаружение пептидных связей в белках

Принцип реакции: белки (полипептиды) в щелочном растворе в присутствии сульфата меди (II) образуют комплексные соединения меди, окрашенные в сине-фиолетовый цвет, интенсивность которого зависит от количества пептидных связей в молекуле белка.

Первоначально пептидные группы полипептида претерпевают в щелочной среде енолизацию:



Енольная форма полипептида взаимодействует с гидроксидом меди (II) и образует окрашенный в **сине-фиолетовый** цвет комплекс:



Продукты неполного гидролиза белка (пептиды) дают **красное** или **розовое** окрашивание в биуретовой реакции.

2.2 Цветные реакции с белками на обнаружение карбоновых аминокислот

Принцип реакции: для обнаружения с помощью цветных реакций остатков карбоновых аминокислот, входящих в состав белков, используют характерные для этих аминокислот цветные реакции. Так, при выявлении α-аминокислот используют нингидриновую реакцию (см. п. 1.2.1.1), цистеина и цистина – реакцию Фоля (см. п. 1.2.1.2).

2.3 Цветные реакции с белками на обнаружение циклических аминокислот (ксантопротеиновая реакция)

Принцип реакции: для обнаружения циклических аминокислот в составе молекулы белка с помощью цветных реакций используют характерные для этих аминокислот реакции. При выявлении остатков ароматических аминокислот используют ксантопротеиновую реакцию.

3. Порядок проведения качественных реакций

3.1 Карбоновые аминокислоты

а) *Нингидриновая реакция*

В пробирку вносят 5 капель 0,01%-ного водного раствора глицина (исследуемого продукта) и 2 капли раствора нингидрина. Содержимое пробирки тщательно перемешивают на водяной бане при температуре 70 °С в течение 5 мин. В пробирке появляется **сине-фиолетовая** окраска.

б) *Реакция Фоля на «слабосвязанную» серу цистеина и цистина*

В пробирку вносят 1 см³ 0,01%-ного водного раствора цистеина (исследуемого вещества), 2 см³ концентрированного раствора гидроксида натрия и 1 см³ реактива Фоля. Смесь тщательно перемешивают и кипятят на водяной бане 2 мин. Через 3...5 мин выпадает **бурый** или **чёрный осадок** сульфида свинца.

в) *Биуретовая реакция на пептидные связи*

В пробирке к 3 см³ 0,01%-ного водного раствора аспарагина (исследуемого вещества) добавляют 1 см³ 10%-ного раствора гидроксида натрия (или калия), 1...2 капли 10%-ного раствора сульфата меди и перемешивают.

Содержимое пробирки окрашивается в **сине-фиолетовый** цвет.

3.2 Циклические аминокислоты

В пробирку вносят 3 см³ 0,01%-ного водного раствора тирозина (исследуемого продукта) и 1 см³ концентрированной азотной кислоты. Смесь осторожно нагревают до появления жёлтой окраски. После охлаждения в пробирку добавляют 10%-ный раствор гидроксида натрия до появления **оранжевой** окраски.

4. Исследование белковых пищевых продуктов

1) *На обнаружение пептидных связей в белках* (биуретовую реакцию).

Порядок выполнения работы:

К 3 см³ разбавленного 1%-ного раствора яичного белка (яичный белок, молоко, желатин) с проведением качественных цветных реакций на белки а (исследуемого продукта) добавляют 1 см³ 10%-ного раствора гидроксида натрия, 1...2 капли 1%-ного раствора сульфата меди, перемешивают.

Содержимое пробирки окрашивается в **красно-фиолетовый** цвет.

2) На обнаружение карбоновых аминокислот (нингидриновую реакцию; реакцию Фоля).

Нингидриновая реакция. К 1 см³ 1%-ного раствора яичного белка (исследуемого продукта) добавляют 3 капли 1%-ного раствора нингидрина в 95 %-ном растворе ацетона. Смесь перемешивают и ставят на водяную баню при температуре 70 °С на 5 мин. Наблюдают образование **сине-фиолетового** окрашивания, свидетельствующего о присутствии в молекуле белка остатков α-аминокислот.

Реакция Фоля. К 3 см³ 1%-ного раствора яичного белка добавляют 3 см³ реактива Фоля и после перемешивания кипятят на водяной бане в течение 2 мин. После остывания наблюдают образование **бурого** или **чёрного** осадка, свидетельствующего о наличии в молекуле белка остатков цистеина и цистина.

3) На обнаружение остатков ароматических циклических аминокислот (ксантопротеиновую реакцию).

Контрольные вопросы

1. Что такое качественная реакция на белки и аминокислоты?
2. Приведите качественные цветные реакции на карбоновые и циклические аминокислоты.
3. С помощью какой реакции выявляют пептидные связи?
4. В чем сущность ксантопротеиновой реакции?
5. Колориметрические методы определения белка.
6. Сущность биуретовой реакции.

Лабораторная работа № 5-6
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ И КАЧЕСТВЕННЫХ
ПОКАЗАТЕЛЕЙ ЖИРА**

Цель работы: освоить методику определения масличности экстракционным методом и выразить ее содержание на абсолютно-сухую навеску. Определить кислотное и йодное число жира.

Материалы и оборудование:

1. Экстракционная установка Ser-148 и химические стаканчики к ней вместимостью 100 см³.
2. Патроны из целлюлозы.
3. Шкаф сушильный.
4. Мельница лабораторная.
5. Весы электронные лабораторные.
6. Стаканы химические номинальной вместимостью 50-100 см³.
7. Эфир диэтиловый или петролейный.
8. Таймер.
9. Набор сит с отверстиями диаметром 3 и 1 мм; 2 и 1 мм; 3 и 0,5 мм.
10. Спиртоэфирная смесь (2 объема эфира и 1 объем 95%-го этилового спирта).
11. 1%-й раствор фенофталеина.
12. Едкая щелочь (0,1 н КОН).
13. Образцы семян масличных культур (подсолнечника, льна).

Продолжительность работы – 4 часа.

Задание 1. Самостоятельно изучить рабочий цикл определения масличности на экстракционной установке SER-148.

Задание 2. Изучить методику определения масличности экстракционным методом, определить количественные показатели жира у изучаемых образцов.

Задание 3. Провести оценку образцов семян масличных культур по показателям качества жиров (кислотное и йодное число жира).

Основные положения

1. Принцип метода

Настоящий метод распространяется на семена масличных культур, используемые в качестве сырья в масло перерабатывающей промышленности.

Под **масличностью** семян понимают содержание в них сырого жира и сопровождающих его жироподобных веществ.

Метод основан на извлечении сырого жира и жироподобных веществ из исследуемых семян соответствующим растворителем в аппарате Сокслета или на приборе с такими же техническими характеристиками. Например, с использованием экстракционной установки Ser-148.

Метод используется для определения содержания сырого жира в семенах подсолнечника, сои и мелкосемянных культур (лен, конопля, горчица, рыжик, сурепица, рапс и др.).

2. Подготовка семян к анализу

На делителе или способом диагонального деления выделяют около 50 г семян подсолнечника и сои и просеивают их через сито, принятое для определения засоренности. Из семян, оставшихся на сите, выбирают неорганические и органические сорные примеси. Масличную примесь оставляют в пробе.

Для определения содержания сырого жира в семенах льна, конопли, горчицы, рыжика, рапса, сурепицы и других мелкосемянных культур выделяют около 40 г семян, взвешивают их с точностью до 0,01 г и просеивают через два сита с диаметрами отверстий верхнего и нижнего сит (соответственно) для семян: конопли, рапса, сурепицы и периллы - 3 и 1 мм; горчицы - 2 и 1 мм; рыжика - 3 и 0,5 мм. Сход с верхнего сита и проход через нижнее сито объединяют и взвешивают. Массу сорной примеси, выделенную таким образом, выражают в процентах от навески семян и используют для пересчета масличности чистых семян на засоренные. Масличную примесь и сор, не прошедший через нижнее сито, оставляют в пробе семян, идущих сходом с нижнего сита. Освобожденные указанным образом от сорных примесей семена переносят в фарфоровую чашку и подсушивают при температуре 100-105 °С: семена подсолнечника - 1 ч, семена сои - 2 ч, семена мелкосемянных культур - 1 ч. (*Примечание.* Семена подсолнечника с влажностью выше 15% подсушивают 2 ч. Соевые семена с содержанием влаги выше 14% предварительно подсушивают до воздушно-сухого состояния. Для этого их рассыпают тонким слоем и выдерживают около 12 ч при комнатной температуре.)

Семена тщательно измельчают в лабораторной мельнице или в медной ступке.

Семена подсолнечника измельчают до такой степени, пока ядро не превратится в муку, а лузга не примет вид частиц длиной не более длины семени; соевые семена измельчают до прохода частиц через сито с ячейками размером 0,25. Семена остальных культур измельчают до однородного состояния.

Измельченные семена тщательно перемешивают шпателем и из перемешанной массы берут в экстракционный патрон на аналитических весах навеску 8-10 г.

3. Проведение анализа и обработка результатов

3.1 Определение содержания жира в растительном материале

Навеску измельченных семян помещают в патрон из целлюлозы и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Включают прибор общим выключателем на панели управления и открывают кран охлаждающей воды. Задают температуру нагревательной плитки в зависимости от используемого растворителя. Эта информация размещена на лицевой стороне прибора в нижней его части (рисунок 2). Так, при использовании диэтилового или петролейного эфира рекомендуемая температура составляет 130°C.

Одновременно можно проводить экстракцию трех образцов.



Рисунок 2 – Экстракционная установка SER-148

Патроны с образцами соединяют с держателями гильз и устанавливают в прибор.

Первый этап – экстракция, длится 30 мин.

- В чистые, предварительно высушенные, охлажденные и взвешенные с точностью до 0,001 г термостойкие стаканчики (сосуды для сбора экстракта) **наливают 30-60 см³ растворителя (эфира)** и устанавливают на нагревательной плитке прибора.

- **Опускают ручку, фиксирующую сосуды для экстрактов.**
- **Устанавливают стеклянные краны на холодильниках в вертикальное положение.**

- Ручки **верхней части прибора** ставят в **позицию «Immersion» (экстракция)**, при этом патроны с навесками погружаются в стаканчики для сбора экстракта. Начинают нагревание.

Второй этап – промывка навески орошением, продолжительность – 40 мин.

- По окончании экстракции ручки переводят в **позицию «Washing» (промывка)**.

- При этом **стеклянный кран на холодильнике** остается по-прежнему в **вертикальном положении** (рисунок 3).

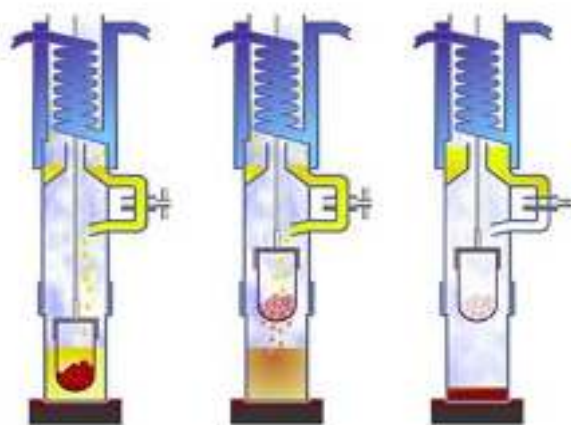
- В **конце промывки** **стеклянные краны на холодильниках** переводят в **горизонтальное положение (закрыто)**.

Третий этап – регенерация растворителя – завершающий, продолжительность – 20 мин.

- Ручки переводят в **положение «Recover» (регенерация)**.

- В это время происходит испарение растворителя из емкостей для сбора экстракта, а на дне хорошо просматривается экстракционное масло.

- По окончании регенерации **отсоединяют удерживающий рычаг** и **вытаскивают сосуды с экстрактами (маслом)**.



а)

б)

в)

Рисунок 3 – Этапы работы: а) экстракция; б) промывка; в) регенерация.

Сосуды с экстрактами устанавливают в разогретый сушильный шкаф и сушат масло при температуре 100-105°C до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1,0-1,5 ч, последующие через 30 мин.

Одновременно в навеске подсушенных и измельченных семян определяют влажность, высушивая навеску до постоянной массы при температуре 100-105 °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие - через 30 мин.

Завершают работу на приборе, обязательно выполняя следующие действия:

- Закрывают кран водопроводной воды и выключают общий выключатель прибора.
- Вытаскивают гильзы и адаптеры гильз.
- Регенерируют растворитель, поставив пустые стаканы на нагревательную плитку и открыв запорные краны на холодильниках.

Содержание жира (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(M - M_1) \times 100}{m}, \quad (7)$$

где X – содержание жира, %;

M – масса стаканчика с маслом, г;

M_1 – масса пустого стаканчика, г;

m – масса навески размолотых семян, г.

Затем полученный результат пересчитывают на сухое вещество в процентах (X_I) по формуле:

$$X_I = \frac{X \times 100}{100 - W}, \quad (8)$$

где X_I – содержание жира на абсолютно сухую навеску, %;

X – содержание жира, %;

W – влажность семян, определяемая одновременно с масличностью, %.

3.2 Определение качества жира по показателям кислотного и йодного числа

Одним из показателей качества масла является **кислотное число**. Качество жиров изменяется не только от условий выращивания, но и в процессе хранения: под действием кислорода воздуха и ряда ферментов, особенно на свету, жиры портятся, прогорают. Свободные жирные кислоты, которые выделяются при этом, обуславливают неприятный вкус и запах. Кислотное число жиров при этом повышается.

Кислотное число – количество (мг) едкого кали, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г масла. Эта величина непостоянная, обычно она снижается при созревании семян за счет гидролиза жиров, а также при длительном хранении семян масличных культур.

Данный показатель определяется в соответствии с ГОСТом Р 52110-2003. Федеральный Закон №90 (ФЗ-90) установил норму кислотного числа для растительного масла на уровне не более 0,6 мг КОН/г.

Принцип определения кислотного числа масла состоит в растворении навески масла в спиртоэфирной смеси (2 объема эфира и 1 объем 95%-го

этилового спирта) и быстром титровании при комнатной температуре 0,1 н водным раствором едкого кали в присутствии 1%-го раствора фенолфталеина (спиртового) до образования розового окрашивания нижнего слоя содержащего колб.

Порядок выполнения анализа. Определение проводят в двукратной повторности. Навеску масла 1-5 г отбирают на аналитических весах в чистую сухую колбу на 100 см³ и приливают 50 см³ спиртоэфирной смеси и 3-5 капель 1%-го спиртового раствора фенолфталеина.

Слегка взбалтывают и растворяют масло. Затем быстро титруют 0,1 н раствором едкого кали (KOH) до ярко розовой окраски. Расчет результатов определения производят по формуле:

$$\text{Кислотное число} = (5,611 \times V) : m, \quad (9)$$

где V – объем щелочи, израсходованный на титрование, см³;

m – навеска масла, г;

5,611 – масса KOH, содержащаяся в 1 см³ водного раствора KOH массовой концентрации 0,1 моль/дм³, мг.

При титровании водным раствором NaOH это значение заменяют на 4,0 (5,6 : 1,4 = 4,0, где 1,4 – отношение молярных масс KOH к NaOH).

Принимая условно всю кислотность жира за олеиновую кислоту с молекулярной массой 282,3, можно выражать кислотность в % от свободной олеиновой кислоты.

Процент свободных жирных кислот равен кислотному числу, умноженному на 0,503 (пересчетный коэффициент, который включает отношение молекулярной массы олеиновой кислоты 282,3 к молекулярной массе едкого кали 56,11).

Для оценки качества жиров используют также показатели: йодное число, число омыления, перекисное число, показатель преломления или рефракции (таблица 2).

Йодное число является важнейшим химическим показателем. Оно позволяет судить о степени ненасыщенности жирных кислот, входящих в состав жира. Чем выше содержание ненасыщенных жирных кислот, тем выше значение йодного числа.

Йодное число жира – условная величина, представляющая собой число граммов йода, эквивалентное галогену, присоединившемуся к 100 г исследуемого жира, выраженное в процентах йода. Его можно определить по жирнокислотному составу как сумму произведений процентного содержания каждой ненасыщенной жирной кислоты на соответствующий ей коэффициент.

Таблица 2 – Некоторые показатели качества различных растительных масел

Масло	Удельный вес, г/дм ³	Рефракция при 40°C	Кислотное число, мг КОН/г	Йодное число, г I ₂ /100 г жира	Число омыления, мг КОН/г
Кукурузное нерафинированное	918-927	56-62	6	130-131	186-198
Конопляное техническое	922-932	-	1	<150	185-195
Хлопковое пищевое	920-930	56-69	0,3	101-116	191-198
Кокосовое пищевое	t плавления 23-23 °C	33-36	0,65	8-12	254-266
Льняное техническое	928-936	-	5,0	<170	184-195
Касторовое техническое	940-960	-	5,0	82-88	176-186

3.3 Порядок определения количественных показателей жира

1. Изучение принципа метода.
2. Подготовка семян к анализу.
3. Проведение анализа.
4. Обработка результатов.

Контрольные вопросы

1. Что понимают под масличностью?
2. На чем основан метод определения масличности семян?
3. Охарактеризуйте этапы анализа образцов на содержание жира.
4. Перечислите показатели качества растительных жиров.
5. Методика определения качества жира по кислотному числу.

Лабораторная работа № 7
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРАХМАЛА В КАРТОФЕЛЕ

Цель работы: научиться определять содержание крахмала в картофеле различными методами.

Материалы и оборудование:

1. Клубни картофеля.
2. Ножи, терки.
3. Мерные цилиндры на 100 и 500 см³.
4. Сито.
5. Весы технические.
6. Тазы.
7. Таблицы.

Продолжительность работы – 2 часа.

Задание 1. Изучить методики определения содержания крахмала в картофеле

по удельной массе отдельных клубней и методом отстоя.

Задание 2. Провести анализ различных образцов картофеля на содержание крахмала в клубнях.

Задание 3. Провести качественную реакцию на крахмал.

Основные положения

1. Значение и принцип определения содержания крахмала

Хозяйственная ценность картофеля, возможность разнообразного использования его в большей степени зависят от химического состава клубней. Основным интерес представляет содержание в клубнях сухих веществ и их главной составной части – крахмала.

Крахмал широко распространен в растениях и является для них резервным источником энергии. В основном он содержится в клубнях, семенах и корнях в виде зерен.

Крахмал используют как пищевой продукт, компонент лекарственных средств и для накрахмаливания белья. Его применяют для получения патоки, глюкозы и этилового спирта, а также в аналитической химии для обнаружения йода.

Определение содержания сухих веществ и крахмала в клубнях картофеля прямым химическим путем представляет известные трудности. Поэтому в некоторых случаях, например, при приемке картофеля в перерабатывающей промышленности (производство крахмала, спирта и др.) для определения со-

держания крахмала пользуются косвенными методами. К ним относится определение содержания сухих веществ и крахмала в картофеле в отдельных клубнях по их удельной массе и путем отстоя. Эти методы не отличаются большой точностью, но благодаря скорости, простоте и доступности они широко используются в практике.

2. Проведение анализа и обработка результатов

2.1 Принцип метода

Плотность клубней зависит от содержания сухих веществ и крахмала в клубнях. Чем больше в клубнях воды и меньше сухих веществ, тем их плотность будет более приближаться к плотности воды, наоборот, чем больше в клубнях сухих веществ и меньше воды, тем больше их плотность будет отличаться от плотности воды. Следовательно, определение содержания сухих веществ и крахмала в клубнях картофеля может быть основано на известной зависимости между плотностью клубня и содержанием сухих веществ и крахмала в нем.

Картофель, содержащий крахмала меньше 20% от массы всего клубня, идёт на корм скоту. Картофель с большим содержанием крахмала лучше использовать для технических целей, например, для переработки на крахмал и патоку. Почти с такой же крахмалистостью нужен картофель и для питания человека.

2.2 Определение содержания крахмала в отдельных клубнях картофеля по их удельной массе

1. Подготовьте исследуемые клубни картофеля, фломастером пронумеруйте их.
2. Определите массу клубней картофеля на лабораторных весах.
3. С помощью сосуда с отливом и мензурки определите объём клубней.
4. Вычислите плотность клубней картофеля. Разделив массу клубня в граммах на количество миллилитров вытесненной этим клубнем воды, получают удельную массу данного клубня.
5. Определите процентное содержание крахмала по удельной массе: с помощью таблицы Маркера находят процентное содержание крахмала (таблица 3). Таким же образом определяют крахмалистость и остальных клубней, опуская их поочередно в мерную посуду с предварительным замером уровня воды.
6. Результаты определения оформите в виде таблицы 4.

Таблица 3 – Содержание крахмала (А) в зависимости от плотности (ρ) картофеля

ρ, кг/м ³	А, %	ρ, кг/м ³	А, %	ρ, кг/м ³	А, %	ρ, кг/м ³	А, %
1080	13,9	1100	18,2	1120	22,5	1140	26,7
1081	14,1	1101	18,4	1121	22,7	1141	27,0
1082	14,3	1102	18,6	1122	22,9	1142	27,2
1083	14,5	1103	18,8	1123	23,1	1143	27,4
1084	14,7	1104	19,0	1124	23,3	1144	27,6
1085	14,9	1105	19,2	1125	23,5	1145	27,8
1086	15,1	1106	19,4	1126	23,7	1146	28,0
1087	15,4	1107	19,7	1127	24,0	1147	28,3
1088	15,6	1108	19,9	1128	24,2	1148	28,5
1089	15,8	1109	20,1	1129	24,4	1149	28,7
1090	16,0	1110	20,3	1130	24,6	1150	28,9
1091	16,2	1111	20,5	1131	24,8	1151	29,1
1092	16,4	1112	20,7	1132	25,0	1152	29,3
1093	16,6	1113	20,9	1133	25,2	1153	29,6
1094	16,9	1114	21,1	1134	25,5	1154	29,8
1095	17,1	1115	21,4	1135	25,7	1155	30,0
1096	17,3	1116	21,6	1136	25,9	1156	30,2
1097	17,5	1117	21,8	1137	26,1	1157	30,4
1098	17,7	1118	22,0	1138	26,3	1158	30,6
1099	17,9	1119	22,2	1139	26,5	1159	30,8

Таблица 4 – Определение содержания крахмала в клубнях картофеля по плотности

Сорт картофеля или № образца	Масса клубня, кг	Объём, м ³	Плотность, кг/м ³	Содержание крахмала, %

2.3 Определение содержания крахмала в картофеле путем отстоя

1. Берут навеску целого чисто вымытого и подсушенного картофеля в 100 г, измельчают ее теркой над ситом, помещенным в таз. Мезгу в сите тщательно промывают под струей воды над тазом до тех пор, пока промывные воды не станут прозрачными. При этом нельзя допускать потерь воды с крахмалом из таза.
2. Затем воду в тазу отстаивают до полного осаждения крахмала (вода должна стать прозрачной).

3. Воду осторожно сливают, не взмучивая крахмал.
4. Остаток воды с крахмалом переливают в мерный цилиндр на 100 см^3 , дают отстояться и отсчитывают объем, занимаемый крахмалом. Один миллилитр (см^3) осевшего крахмала равен 0,6 г сухого крахмала.
5. Умножив количество миллилитров крахмала на 0,6, получают процентное содержание крахмала в картофеле.
6. Результаты оформляют в виде таблицы 5.

Таблица 5 – Определение содержания крахмала в клубнях картофеля по количеству отстоя

Сорт картофеля или № образца	Навеска картофеля, г	Объём крахмала в цилиндре, см^3	Содержание крахмала, %

3. Качественная реакция на крахмал

Крахмал – это природный полимер. представляет собой не индивидуальное вещество, а смесь двух полимеров состава $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ – *амилозы* (10–20 %) и *амилопектина* (80–90 %), состоящих из остатков α -D-глюкозы.

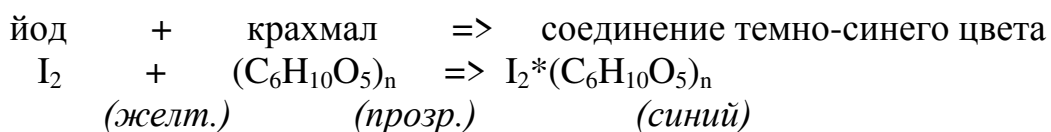
В целом крахмал – это белое твердое вещество без запаха и вкуса, мало-растворимое в холодной воде.

Являясь многоатомным спиртом, крахмал образует простые и сложные эфиры.

Характерной качественной реакцией на крахмал является его реакция с йодом. Одно из свойств крахмала – это способность давать синюю окраску при взаимодействии с йодом.

Эту окраску легко наблюдать, если поместить каплю раствора йода на срез картофеля или ломтик белого хлеба. Крахмал в качестве резервного питания накапливается в клубнях, плодах, семенах растений. Так, в клубнях картофеля содержится до 24 % крахмала, в зёрнах пшеницы — до 64 %, риса — 75 %, кукурузы — 70 %.

С помощью йода можно выявить самые незначительные количества крахмала.



К разбавленному раствору крахмала добавляем немного раствора йода. Появляется синее окрашивание. Нагреваем синий раствор. Окраска постепенно исчезает, так как образующееся соединение неустойчиво. При охлаждении раствора окраска вновь появляется. Данная реакция иллюстрирует обратимость химических процессов и их зависимость от температуры.

При взаимодействии йода с крахмалом образуется *соединение включения* (*клатрат*). Клатрат – это комплексное соединение, в котором частицы одного вещества («молекулы-гости») внедряются в кристаллическую структуру «молекул-хозяев». В роли «молекул-хозяев» выступают молекулы амилозы, а «гостями» являются молекулы йода. Попадая в спираль, молекулы йода испытывают сильное влияние со стороны своего окружения (ОН-групп), в результате чего увеличивается длина связи до 0,306 нм (в молекуле йода длина связи 0,267 нм). Данный процесс сопровождается изменением бурой окраски йода на сине-фиолетовую ($I_{\text{макс}}$ 620–680 нм).

Амилопектин, в отличие от амилозы, дает с йодом красно-фиолетовое окрашивание ($I_{\text{макс}}$ 520–555 нм). Хотя содержание амилопектина в зернах крахмала в несколько раз превышает количество амилозы, тем не менее, синее окрашивание, возникающее при действии йода на амилозу, перекрывает красно-фиолетовую окраску амилопектина. Окраска исчезает при нагревании и восстанавливается при охлаждении крахмального клейстера.

Контрольные вопросы

1. В каких частях растений содержится крахмал?
2. Какие существуют методы определения крахмала в картофеле?
3. В каких единицах выражают его содержание?
4. Какие полимеры входят в состав крахмала?
5. Назовите качественную реакцию на крахмал.

Лабораторная работа № 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ

Цель работы: освоить методику определения зольности зерна (семян, муки) и выразить ее содержание на абсолютно-сухую навеску.

Материалы и оборудование:

1. Весы электронные лабораторные.
2. Мельница лабораторная технологическая ЛМТ-1.
3. Электродпечь ЭКПС-10.
4. Эксикатор.
5. Щипцы тигельные.
6. Таймер.
7. Фарфоровые тигли.
8. Образцы зерна или муки.

Продолжительность работы – 2 часа.

Задание 1. Изучить методику определения зольности, определить содержание минеральных веществ у изучаемых образцов.

Задание 2. Провести оценку образцов зерна или семян с/х культур по зольности.

Основные положения

1. Значение и принцип определения зольности

Зольность является важным показателем, используемым для оценки качества муки. Чем выше зольность зерна, тем ниже выход муки высоких сортов. **Зольность** характеризует количество золы (в основном оксидов фосфора, калия и магния), получаемое при сжигании зерна (муки) при $t = 750-850^{\circ}\text{C}$, выраженное в процентах.

Этот показатель характеризует количество минеральных веществ, которые содержатся в зерне в виде макро- и микроэлементов. Макроэлементы представлены солями и оксидами калия, фосфора, натрия и кальция, а микроэлементы — солями и оксидами магния, железа, меди, марганца, кобальта и других элементов. Основу минеральных веществ зерна составляют макроэлементы (около 95%). Минеральные вещества распределены по различным анатомическим частям зерна неравномерно. Наибольшее их количество находится в алейроновом слое, оболочках и зародыше, т. е. в периферических частях, а наименьшее — в мучнистом ядре эндосперма. Эту особенность используют в технологии мукомольного производства для относительной оценки полноты удаления периферических частей при переработке зерна в муку.

Однако зольность зерна — это не абсолютный показатель его качества, поскольку нельзя характеризовать качество зерна только по зольности.

Содержание золы различно в отдельных частях зерновки пшеницы. Так, максимальная зольность наблюдается в алейроновом слое и в оболочках, а минимальная - в центре эндосперма. Так как процесс размола зерна в муку сводится к отделению эндосперма от оболочек, то по зольности муки можно определить количество оболочек и алейронового слоя, перешедших в муку.

Таким образом, осуществляется контроль над процессом отделения оболочек от эндосперма. Чем ниже зольность муки, тем выше ее сорт. Она является косвенным показателем соотношения анатомических частей зерна. Зольность зерна мягкой и твердой пшеницы практически одинакова. Однако у эндосперма твердой пшеницы - все же больше, чем у эндосперма мягкой. Более высокая зольность муки из твердой пшеницы обусловлена также хрупкостью ее алейронового слоя, который частично и попадает в муку. Зольность мелкого и щуплого зерна выше, вследствие более высокого содержания оболочек. У пленчатых пшениц зольность выше, чем у голозерных. Зольность зерна различных культур неодинакова: у пшеницы, как и у других голозерных злаков, - небольшая, у пленчатых - более высокая, например, у риса 5,0-6,0%. Зольность зависит от целого ряда факторов: сорта, района выращивания, почвенно-климатических условий, вносимых удобрений и др.

2. Подготовка к анализу

Перед началом определения изучают устройство печи и технику безопасности при сжигании образцов. Муфельная печь состоит из двух основных частей: корпуса и реостата. Керамическая часть корпуса обернута хромоникелевой проволокой, концы которой выведены наружу к двум контактам. Керамика сверху по проволоке обложена асбестом и закрыта железным кожухом. При помощи реостата увеличивают или уменьшают накал печи.

Не рекомендуется выполнять в муфельной печи другие операции, кроме сжигания муки и зерна.

Подготовка тиглей. Наиболее удобны тигли № 3. Перед употреблением их помещают на 2 часа в 50 %-ный раствор соляной кислоты. Тигли обязательно промывают в растворе соляной кислоты, а затем водой и просушивают в течение 2 часов в сушильном шкафу при температуре 100-150 °С.

После промывания тигли нумеруют и прокаливают до постоянной массы.

3. Определение зольности без применения ускорителя

Это основной метод. При определении зольности зерна из среднего образца делителем или вручную выделяют 30- 50 г зерна, очищают его от сорной примеси, за исключением испорченных зерен, и размалывают на лабора-

торной мельнице так, чтобы все размолотое зерно при просеивании прошло через сито с металлотканой сеткой № 08. Размолотое зерно или выделенную из среднего образца навеску муки массой 20-30 г высыпают на стеклянную пластинку размером 20х20 см и смешивают шпателем или двумя плоскими совками. Затем муку распределяют на стекле ровным слоем и накрывают другим стеклом такого же размера так, чтобы слой получился не толще 3-4 мм. Сняв верхнее стекло, из разных мест (не менее чем из 10) ложечкой или совочком набирают муку в заранее прокаленные и взвешенные тигли (около 1,5-2 г) и взвешивают их с точностью до 0,0002 г. Тигли с мукой ставят у края дверцы муфельной печи, нагретой до температуры темно-красного каления. Мука в тиглях сгорает.

При этом надо следить за тем, чтобы продукт не воспламенился. После выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают внутрь муфеля. Сжигают муку до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым. Затем тигли переносят в эксикатор для охлаждения. Когда тигли приобретут комнатную температуру, их взвешивают и массу записывают в журнал.

Взвешенные тигли вновь помещают в накалившую муфельную печь на 20 мин, затем снова охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Если масса тиглей уменьшилась, то озоление продолжают до тех пор, пока два последующих взвешивания не дадут одинаковой массы или расхождения составят не более 0,0002-0,0003 г. После того как тигли достигнут постоянной массы, озоление считается законченным. Зольность в процентах на абсолютно сухое вещество ($Z_{асв}$) вычисляют по формулам:

$$Z = (H_i \times 100) : H, \quad (10)$$

$$Z_{асв} = (Z \times 100) : 100 - B, \quad (11)$$

где H - масса навески муки, г;

H_i - масса золы, г;

B - влажность муки, %.

Для ускорения расчетов рекомендуется пользоваться таблицами определения зольности. За фактическую зольность муки принимают среднее арифметическое из двух определений. Результаты определения проставляют в документах о качестве с точностью до 0,01%.

Расхождения между двумя параллельными определениями зольности не должны превышать 0,025%, а в спорных случаях, при контрольных и арбитражных определениях - 0,05%.

Определение зольности с применением в качестве ускорителя азотной кислоты. Всю подготовительную работу к озолению и начало озоления про-

водят в порядке, указанном в методике определения зольности без ускорителя.

Озоление проводят примерно около 1 часа, то есть пока содержимое тигля не превратится в рыхлую массу серого цвета. Затем тигли вынимают из печи, ставят на фарфоровую или металлическую подставку и охлаждают (вне эксикатора). После охлаждения в каждый тигель пипеткой прибавляют 2-3 капли химически чистой азотной кислоты. Для выпаривания азотной кислоты тигли помещают на открытую дверцу муфельной печи.

Выпаривать следует осторожно, не допуская кипения, чтобы предотвратить разбрызгивание кислоты и потери озоляемого продукта.

Как только закончится испарение кислоты, тигли помещают на 20 мин внутрь муфельной печи, нагретой до ярко-красного каления, и продолжают озоление до полного сгорания продукта. Потом тигли охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вычисляют процент зольности в порядке, указанном выше. Полученные данные записывают в журнал.

Контрольные вопросы

1. Что характеризует показатель зольности?
2. Какое оборудование применяют для определения зольности продуктов?
3. При какой температуре ведется озоление?
4. Какой показатель определяют параллельно с зольностью?
5. Охарактеризуйте зольность различных частей зерновки пшеницы.
6. Назовите факторы, от которых зависит зольность растениеводческой продукции?
7. Как вычисляется массовая доля золы и зольность в процентах на абсолютно сухое вещество?

Лабораторная работа № 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА С

Цель работы: изучить методики определения содержания витамина С в овощах и фруктах; провести оценку различных культур по данному показателю.

Материалы и оборудование:

1. Пипетки градуированные.
2. Химические стаканы.
3. Мерный цилиндр.
4. Ступа, пестик.
5. Йод 5%-й раствор.
6. Крахмальный клейстер.
7. Вода.
8. 1%-й раствор соляной кислоты.
9. Сочные фрукты и овощи: апельсин, яблоко, смородина чёрная, перец красный, капуста белокочанная и цветная.

Продолжительность работы – 2 часа.

Задание 1. Изучить методики определения содержания витамина С в овощах и фруктах.

Задание 2. Освоить методом йодометрии и определить содержание витамина С в различных сочных продуктах.

Задание 3. Провести оценку изучаемых образцов различных культур по содержанию витамина С методом прямого титрования.

Основные положения

1. Определение витамина С в различных сочных продуктах

Пищевые продукты растительного происхождения являются источниками витамина С (таблица 6).

Определение витамина С в различных сочных продуктах проводят, применяя методы **йодометрии**, или титриметрический метод анализа, основанный на окислении исследуемого вещества йодом. Включает методы прямого (раствором I_2 в водном растворе KI) и обратного (избыток I_2 оттитровывают раствором $Na_2S_2O_3$) титрования.

Определение витамина С в изучаемых сочных продуктах выполняли с помощью **метода прямого титрования**.

Таблица 6 – Источники содержания витамина С

Наименование пищевых продуктов	Количество аскорбиновой кислоты	Наименование пищевых продуктов	Количество аскорбиновой кислоты
Овощи		Фрукты и ягоды	
Баклажаны	5	Абрикосы	10
Горошек зеленый консервированный	10	Апельсины	50
Горошек зеленый свежий	25	Арбуз	7
Кабачки	10	Бананы	10
Капуста белокочанная	40	Брусника	15
Капуста квашеная	20	Виноград	4
Капуста цветная	75	Вишня	15
Картофель лежалый	10	Гранат	5
Картофель свежесобран- ный	25	Груша	8
Лук зеленый	27	Дыня	20
Морковь	8	Земляника садовая	60
Огурцы	15	Клюква	15
Перец зеленый сладкий	125	Крыжовник	40
Перец красный	250	Лимоны	50
Редис	50	Малина	25
Редька	20	Мандарины	30
Репа	20	Персики	10
Салат	15	Слива	8
Томатный сок	15	Смородина красная	40
Томат-паста	25	Смородина черная	250
Томаты красные	35	Черника	5
Хрен	110-200	Шиповник сушеный	До 1500
Чеснок	Следы	Яблоки, антоновка	30
Шпинат	30	Яблоки северных сор- тов	20
Щавель	60	Яблоки южных сортов	5-10

1.1 Определение витамина С в черной смородине

Наличие витамина С в черной смородине определяют **методом йодометрии**. Для этого: отмеряют 20 мл отжатого сока чёрной смородины и разбавляют его водой до объёма 100 мл; добавляют 1 мл крахмального клейстера; добавляют по каплям 5 % раствор йода до появления устойчивого синего окрашивания, не исчезающего в течение 10-15 сек.

Последовательность операций при определении витамина С в продуктах приведена на рисунке 4.



Рисунок 4 – Последовательность операций при определении аскорбиновой кислоты

Обработка результатов: Как узнать, сколько мы израсходовали йодной настойки? Капли – это не единицы измерения, поэтому мы воспользуемся вполне точным, методом, хотя и более долгим. С помощью той же пипетки посчитаем, сколько капель содержится в 1 мл (в 1 мл содержится 28 капель

йода). Зная объём одной капли, можно довольно точно определить объём раствора йода (мл), израсходованного на титрование аскорбиновой кислоты.

Концентрация раствора **йода** нам известна:

1 мл 5%-ного раствора йода соответствует 35 мг аскорбиновой кислоты;

1 мл раствора йода – 28 капель раствора йода;

X – потребовалось раствора йода (мл) на титрование (например, 47 капель).

Отсюда следует, что на окисление аскорбиновой кислоты потребовалось йода (мл):

$$X = 47 : 28 = 1,68 \text{ мл.}$$

Следовательно, содержание витамина С (C) составляет:

$$C = X \times 35 \quad (12)$$

$$C = 1,68 \times 35 = 58,75 \text{ мг.}$$

Результат – в 20 мл сока содержится 58,75 мг аскорбиновой кислоты, а в 100 мл – 293,7 мг.

1.2. Определение витамина С в свежавыжатом соке апельсина

Определим наличие витамина С в свежавыжатом соке апельсина методом йодометрии, как было указано выше. На титрование потребовалось 32 капли йода.

Обработка результатов:

$$X = 32 : 28 = 1,14 \text{ мл}$$

$$C = 1,14 \text{ мл} \times 35 \text{ мг} = 40 \text{ мг.}$$

Результат – в 20 мл сока содержится 40 мг, а в 100 мл – 200 мг витамина С.

1.3 Определение витамина С в свежавыжатом соке яблока

Следует отметить, что в яблоках содержится фермент аскорбиноксидаза, в присутствии которого аскорбиновая кислота быстро окисляется на воздухе. Чтобы этого не произошло, анализ нужно проводить в кислой среде.

1) Взвешиваем яблоко: 260 г (до эксперимента).

2) Тонким ножом из нержавеющей стали вырезаем из предварительно взвешенного яблока пробу (30 г) в виде ломтика, от кожуры до сердцевинки с семечками.

3) Ломтик переносим в фарфоровую ступку с разбавленной соляной кислотой и тщательно растираем пестиком.

Определяем наличие витамина С в свежавыжатом соке яблока методом йодометрии. На титрование потребовалось 4 капли раствора йода.

Обработка результатов:

$$X = 4 : 28 = 0,14 \text{ мл}$$

$$C = 0,14 \text{ мл} \times 35 \text{ мг} = 4,9 \text{ мг}$$

В 30 г яблока содержится 4,9 мг, тогда в 100 г – 16,3, а в целом яблоке (260 г) – 42,5 мг витамина С.

После окончания эксперимента студенты делают вывод о содержании витамина С в анализируемых продуктах.

1.4. Определение витамина С в свежавыжатом соке красного перца

1) Взвешиваем красный сладкий перец, $m=130$ г (до эксперимента).

2) Тонким ножом из нержавеющей стали вырезаем из предварительно взвешенного

перца пробу (35 г) в виде ломтика, от кожуры до сердцевины с семечками.

3) Ломтик переносим в фарфоровую ступку тщательно растираем пестиком.

4) Определяем содержание витамина С в свежавыжатом соке красного перца методом йодометрии.

На титрование потребовалось 40 капель йода.

Обработка результатов:

$$X = 40 : 28 = 1,43 \text{ мл}$$

$$C = 1,43 \text{ мл} \times 35 \text{ мг} = 49,9 \text{ мг}$$

В 35 г перца красного содержится 49,9 мг, тогда в 100 г – 166,6, а в целом перце (130 г) – 216,2 мг витамина С.

1.5 Определение витамина С в свежавыжатом соке цветной капусты

1) Берём 30 г цветной капусты.

2) Переносим её в фарфоровую ступку и тщательно растираем пестиком.

3) Определяем содержание витамина С в свежавыжатом соке цветной капусты методом йодометрии.

На титрование потребовалось 11 капель йода.

Обработка результатов:

$$X = 11 : 28 = 0,39 \text{ мл}$$

$$C = 0,39 \text{ мл} \times 35 \text{ мг} = 13,7 \text{ мг}$$

В 30 г капусты содержится 13,7 мг, тогда в 100 г – 45,8 мг витамина С.

1.6. Определение витамина С в цветной капусте после термической обработки

Так как цветную капусту не все употребляют в сыром виде, то можно узнать, сколько витамина С содержится в цветной капусте после термической обработки.

- 1) Берём 30 г цветной капусты и пропариваем.
- 2) Переносим пропаренную капусту в фарфоровую ступку и тщательно растираем пестиком.
- 3) Определяем содержание витамина С в цветной капусте методом йодометрии.

На титрование потребовалось 6 капель йода.

Обработка результатов:

$$X = 6 : 28 = 0,21 \text{ мл}$$

$$C = 0,21 \text{ мл} \times 35 \text{ мг} = 7,5 \text{ мг}$$

В 30 г капусты содержится 7,5 мг, тогда в 100 г – 25,0 мг витамина С.

Проведенный эксперимент доказал, что в свежем соке цветной капусты содержится большое количество витамина С (45,8 мг в 100 г), но по своим вкусовым качествам цветную капусту чаще употребляют в варёном виде. Нужно отметить, что в таком виде теряется количество витамина С (с 45,8 мг до 25,0 мг в 100 г, т.е. в 1,83 раза).

Вывод. Из свежих продуктов питания наибольшее количество витамина С в 100 г продукта содержится в соке черной смородины (293,7 мг). В красном перце его содержание составило 166,6 мг; в цветной капусте - 45,8 мг, апельсине - 200 мг и яблоке - 16,3 мг.

В пищу, мы употребляем не только свежие фрукты и овощи, но и соки промышленного производства. Поэтому можно определить содержание витамина С в соках различных производителей.

Контрольные вопросы

1. Перечислите продукты, богатые витамином С.
2. Назовите метод определения витамина С в сочных продуктах.
3. В каких единицах выражают содержание витамина С?
4. Как влияет термическая обработка на содержание витамина С?

ГЛОССАРИЙ

аминокислотный скор — процентное содержание каждой аминокислоты в исследуемом белке по отношению к их содержанию в «идеальном» белке.

аминокислоты — структурные единицы белковой молекулы, состоящие из карбоксильной группы, обладающей кислотными свойствами, аминогруппы, обладающей основными свойствами, и радикала. аминокислоты содержат в молекуле одновременно карбоксильную (COOH-) и амино- ($\text{NH}_2\text{-}$) группы.

белки - высокомолекулярные полипептидные соединения - полимеры аминокислот, соединенные пептидными связями.

биологическая ценность — показатель качества пищевого белка, отражающий степень соответствия его аминокислотного состава потребностям организма в аминокислотах для синтеза белка.

биологической эффективностью называется показатель качества жировых компонентов, отражающий содержание в них полинасыщенных жирных кислот.

витаминоподобные вещества — вещества животного и растительного происхождения с доказанной ролью в обмене веществ и энергии, сходные по своему физиологическому действию с витаминами.

витамины — группа эссенциальных микронутриентов, участвующих в регуляции и ферментативном обеспечении большинства метаболических процессов.

водородная связь — особый вид химической связи, осуществляемый посредством водорода двух атомов одной молекулы или разных молекул. энергия водородной связи равна 10...40 кдж/моль.

гидролиз (греч. *hydor* — вода + *'lysis* — разложение) — взаимодействие веществ с водой с образованием различных соединений.

гидрофильность, гидрофобность — характеристика интенсивности молекулярного взаимодействия поверхности тел с водой. может быть отнесена к молекулам и отдельным группам атомов.

гидрофильностью (хорошей смачиваемостью водой) обладают вещества с полярными группами: —он, —соон, — no_2 и др.

гидрофобностью (плохой смачиваемостью) обладает большинство органических соединений с длинноцепочечными углеводородными радикалами.

денатурация белков — процесс, при котором происходит нарушение структурной организации белковой молекулы.

жирные кислоты — структурные компоненты липидов, содержат в своем составе карбоксильную группу (или как ее еще называют, головку жирной кислоты) и радикал (или хвост, который является гидрофобным). различия между жирными кислотами связаны с различным строением их радикала.

жиры — простые липиды, по химическому строению представляют собой сложные эфиры жирных кислот и глицерина.

катализаторы — вещества, изменяющие скорость химической реакции.

коагуляция (лат. coagulatio – сгущение) – объединение мелких частиц в дисперсных системах в более крупные. ведёт к выпадению из коллоидного раствора хлопьевидного осадка.

липиды — органические вещества, основным компонентом которых являются остатки жирных кислот. физические свойства липидов: гидрофобность, способность растворяться в органических растворителях. функции липидов многообразны.

макронутриенты (от лат. nutritio – питание) – класс главных пищевых веществ, представляющих собой источники энергии и пластических (структурных) материалов; присутствуют в пище в количествах более 1 г (белки, липиды, углеводы).

макроэлементы — химические элементы, содержание которых в составе клеток велико. к макроэлементам относят кислород, углерод, азот, водород, фосфор, серу, калий, кальций, натрий, магний, железо, йод и др.

микроэлементы — химические элементы, содержание которых в составе клетки относительно мало. к микроэлементам относят марганец, цинк, медь, фтор, бор, алюминий и др.

микронутриенты – класс пищевых веществ, оказывающих выраженные биологические эффекты на различные функции организма; содержатся в пище, как правило, в небольших количествах (милли - и микрограммы). данный класс объединяет витамины, их предшественники и витаминоподобные вещества, а также минеральные вещества.

мономеры – низкомолекулярные вещества, способные соединяться между собой с образованием продуктов с большей молекулярной массой.

моносахариды — простые углеводы, обладающие небольшой молекулярной массой. к физическим свойствам моносахаридов относится их растворимость в воде, способность к кристаллизации, сладкий вкус. в зависимости от количества атомов углерода в молекуле моносахаридов их подразделяют на триозы, тетрозы, пентозы (рибоза, дезоксирибоза), гексозы (глюкоза). в зависимости от структурной организации молекулы моносахаридов могут иметь линейную или циклическую структуру.

насыщенные жирные кислоты — жирные кислоты, радикал которых не содержит двойных связей. если в составе жира большее количество насыщенных кислот, он будет иметь твердую консистенцию.

ненасыщенные жирные кислоты характеризуются наличием двойных связей в радикале. если в составе жира преобладают ненасыщенные жирные кислоты, он будет иметь жидкую консистенцию.

неорганические вещества клетки — минеральные соли и вода.

нуклеиновые кислоты (лат. nucleus - ядро) – высокомолекулярные органические соединения, входят в состав сложных белков. имеют большое значение в передаче наследственных свойств организма и синтезе белков (ДНК, РНК).

нутриенты – питательные вещества.

органические вещества — полимерные вещества, структурной основой которых является углеродная цепь, к которой присоединяются те или иные химические группы. в организме органические вещества представлены белками, липидами, углеводами, нуклеиновыми кислотами. полимеры — высокомолекулярные соединения, состоящие из низкомолекулярных веществ — мономеров.

пищевые волокна — высокомолекулярные углеводы (целлюлоза, пектины и др., в т. ч. некоторые резистентные к амилазе виды крахмалов), главным образом растительной природы, устойчивы к перевариванию и усвоению в желудочно-кишечном тракте.

пищевые продукты — объекты животного, растительного происхождения, используемые в пищу в натуральном или переработанном виде в качестве источника энергии, пищевых и вкусоароматических веществ.

полимеры (греч. polymers — состоящий из многих частей) — продукты взаимодействия большого числа одинаковых или разных по строению мономеров.

полисахариды — сложные углеводы, биополимеры, состоящие из мономеров — остатков простейших углеводов. полисахариды не способны растворяться в воде, не способны образовывать оформленную кристаллическую структуру, сладкий вкус для полисахаридов не характерен. наиболее важными представителями полисахаридов являются крахмал, целлюлоза, гликоген. крахмал и гликоген — резервные углеводы растений и животных соответственно, целлюлоза является структурным углеводом клеточных стенок растительных клеток.

простые липиды — вещества, состоящие из остатков жирных кислот и спиртов. к этой группе липидов относятся жиры и воски.

ренатурация возможна только при обратимой денатурации.

pH — водородный показатель — величина, характеризующая концентрацию ионов водорода в растворе. в чистой воде и нейтральных растворах $pH=7$, в кислых $pH < 7$, в щелочных $pH > 7$.

сложные липиды — вещества, состоящие из остатков жирных кислот, спиртов и дополнительных компонентов (остатка фосфорной кислоты у фосфолипидов или углеводного остатка у гликолипидов). значение фосфолипидов и гликолипидов — участие в образовании клеточных мембран.

текстура (от лат. texture) — макроструктура пищевого продукта; описывается терминами: волокнистая, слоистая, однородная, твёрдая, мягкая, пластичная, хрупкая, рассыпчатая и т. п. определяется с помощью зрительных, осязательных, слуховых ощущений, в том числе и при разжевывании пищевых продуктов.

углеводы — органические вещества, состоящие из углерода, водорода и кислорода. углеводы выполняют ряд функций: структурную (углеводы принимают участие в построении клеточных стенок, рибоза и дезоксирибоза — компоненты нуклеиновых кислот), защитную функцию (образование вязких

секретов, компонентов противосвертывающих систем и др.), рецепторную (находятся в составе различного рода рецепторов клеточных стенок), запасующую (являются резервными углеводами растений и животных), энергетическую функция (при полном расщеплении 1 г углеводов выделяется 17,6 кдж энергии).

ферменты (от лат. fermentum – закваска), энзимы, специфические белковые катализаторы, присутствующие во всех живых клетках. почти все биохимические реакции, протекающие в любом организме и в своём закономерном сочетании составляющие его **обмен веществ**, катализируются соответствующими ферментами. направляя и регулируя обмен веществ, они играют важнейшую роль во всех процессах жизнедеятельности.

фосфолипиды — эфиры спиртов (глицерина, сфингозина), жирных кислот, фосфорной кислоты, содержат азотистые основания (холин, этаноламин, остатки аминокислот, углеводные фрагменты), составляют основной класс мембранных липидов.

энергетический баланс — равновесное состояние между поступающей с пищей энергией и её затратами на все виды физической активности, на поддержание основного обмена, роста, развития, и дополнительными затратами у женщин при беременности и грудном вскармливании.

энерготраты суточные — сумма суточных энерготрат организма, состоящая из энерготрат основного обмена, затрат энергии на физическую активность, специфическое динамическое действие пищи (пищевой термогенез), холодовой термогенез, рост и формирование тканей у детей и дополнительных затрат энергии у беременных и кормящих грудью женщин.

энергетическую ценность (калорийность) продукта характеризует доля энергии, которая может высвободиться из макронутриентов в ходе биологического окисления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Биохимия. - Под. ред. Щербакова В.Г. – Санкт-Петербург: ГИОРД, 2005. - 472 с.
2. ГОСТ 10857-64 Семена масличные. Методы определения масличности.
3. ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка.
4. ГОСТ 10847-74 Зерно. Методы определения зольности.
5. ГОСТ 10857-64 Семена масличные. Методы определения масличности.
6. ГОСТ 13586.5-93 Зерно. Методы определения влажности.
7. Пищевая химия / А.П. Нечаев, С.Е. Траубенберг, А.А. Кочеткова, В.В. Колпакова, И.С. Витол, И.Б. Кобелева. - Санкт-Петербург: ГИОРД, 2007. - 640 с.
8. Практикум по агрохимии / В.В. Кидин, И.П. Дерюгин, В.И. Кобзаренко и др.; под ред. В.В. Кидина. -. - Москва: КолосС, 2008. – 599 с.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Техника безопасности при выполнении химических анализов

1. При работе с кислотами и щелочами

1. Необходимо внимательно следить за тем, чтобы реактивы не попадали на лицо, руки и одежду.
2. Не ходить по лаборатории с концентрированными кислотами и щелочами, а наливать их только при включенной вентиляции в вытяжном шкафу.
3. Запрещается набирать кислоты и щелочи в пипетку ртом. Для этого следует применять резиновую грушу или мерные цилиндры.
4. Для приготовления растворов кислот необходимо их приливать к воде тонкой струей при непрерывном перемешивании, а не наоборот. Приливать воду в кислоту строго запрещается!
5. Растворять твердые щелочи следует путем медленного добавления их небольшими кусочками к воде при непрерывном перемешивании. Кусочки щелочи нужно брать только щипцами.
6. При смешивании веществ, которое сопровождается выделением тепла, необходимо пользоваться термостойкой толстостенной стеклянной или фарфоровой посудой.
7. Разлитые кислоты или щелочи необходимо немедленно засыпать песком, нейтрализовать, и только после этого проводить уборку.
8. При попадании на кожу или одежду, надо смыть ее большим количеством воды, а затем 3-5% раствором пищевой соды или разбавленным раствором аммиака.
9. При попадании щелочи на кожу или одежду, после ее смывания большим количеством воды, необходимо провести обработку 2-3% раствором борной (лимонной или уксусной) кислоты.
10. Вещества, фильтры, бумагу, использованные при работе, следует выбрасывать в специальное ведро, концентрированные растворы кислот и щелочей также сливать в специальную посуду.

2. При работе с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями (ЛВЖ и ГЖ)

1. Все работы с ЛВЖ и ГЖ должны осуществляться в вытяжном шкафу при включенной вентиляции и отключенных газовых и электронагревательных приборах.
2. Запрещается нагревать вещества, которые могут вступать между собой в реакцию, сопровождающуюся взрывом или выделением паров и газов.

3. При пролипании ЛВЖ (сероуглерод, бензин, диэтиловый эфир и др.), а также при потерях горючих газов необходимо немедленно отключить все источники открытого огня и электронагревательные приборы.
4. Сосуды, в которых проводились работы с ЛВЖ и ГЖ, после окончания исследований должны быть немедленно освобождены от оставшейся жидкости и тщательно вымыты.
5. Опыты с ядовитыми веществами и веществами, которые имеют сильно выраженный запах, необходимо проводить только в вытяжном шкафу.
6. При тушении огня пользоваться песком.
7. Распознавание запахов проводить на расстоянии, направляя его струю движением руки от сосуда к себе.

3. При работе с химической посудой

1. При размешивании реактивов или их смесей необходимо осторожно пользоваться стеклянной палочкой или шпателем, не допуская разлома стеклянного сосуда. Держать сосуд при этом необходимо за горловину.
2. Переноса сосуда с горячей жидкостью, надо держать их двумя руками: одной – за дно, другой – за горловину, используя при этом полотенце (чтобы избежать ожогов кистей и пальцев рук).
3. При закрывании толстостенной посуды пробкой следует держать ее за верхнюю часть горловины. Нагретый сосуд нельзя закрывать притертой пробкой пока он не охладится.
4. При нагревании необходимо пользоваться термостойкой посудой, которая имеет соответствующую маркировку.
5. В случае пореза стеклом нужно сначала внимательно осмотреть рану и извлечь из нее осколки стекла (если они есть), а затем обмыть раненное место 2% раствором перманганата калия, смазать йодом и завязать бинтом или заклеить лейкопластырем.

4. При работе с электрооборудованием и электроприборами

1. Все работы, связанные с применением электроприборов, должны проводиться под наблюдением преподавателя (или лаборанта).
2. При работе с водяной баней степень нагрева воды контролируют при помощи термометра.
3. При неисправности электроприбора необходимо обратиться к преподавателю. Чинить самостоятельно приборы запрещается.
4. При поражении электрическим током необходимо немедленно выключить прибор, вывернуть охранную пробку или перерубить токопроводящий провод изолированным инструментом. К пострадавшему, пока он находится под воздействием электрического тока, нельзя прикасаться незащищенными руками (без резиновых перчаток). Если пострадавший потерял со-

знание, после выключения электрического тока нужно немедленно, не дожидаясь врача, сделать искусственное дыхание.

5. При работе с реактивами

1. Использовать реактивы для проведения опытов необходимо в возможно меньшем количестве с целью экономии материалов и времени.
2. Избыток реактива нельзя высыпать или выливать обратно в сосуд, из которого он был взят.
3. После расходования реактива банку или склянку необходимо сразу закрыть пробкой и поставить на место.
4. Сухие реактивы брать с помощью лопаток, пластмассовых или металлических шпателей. Шпатель должен быть всегда сухим и чистым. После использования его следует тщательно вымыть и высушить фильтровальной бумагой.
5. Если реактив отбирается пипеткой, ни в коем случае нельзя той же пипеткой, не вымыв ее, брать реактив из другой емкости.
6. При наливании реактивов нельзя наклоняться над сосудом, предотвращая попадание брызг на лицо или одежду.
7. При открывании банки или склянки с реактивом нельзя держать ее на весу. Эту посуду необходимо поставить на лабораторный стол и только после этого открывать.

6. Меры первой помощи при отравлениях неорганическими веществами

Азотной кислотой. Свежий воздух, покой, тепло. Вдыхание кислорода. Сульфадимезин или иной сульфаниламидный препарат (2 г), аскорбиновая кислота (0,5 г), кодеин (0,015 г). Искусственное дыхание. Консультация врача.

Серной кислотой. Свежий воздух. Промыть верхние дыхательные пути 2%-м раствором пищевой соды. В нос – 2-3 капли 2% раствора эфедрина. Теплое молоко с содой, кодеин (0,015 г) или дионин (0,01 г). При попадании в органы пищеварения смазать слизистую рта 2%-м раствором дикаина. Промывание желудка большим количеством воды. Внутрь принять: столовую ложку оксида магния на стакан воды каждые 5 минут, яичный белок, молоко, крахмальный клейстер, кусочки сливочного несоленого масла, кусочки льда. Нельзя вызывать рвоту и применять карбонаты. Консультация врача.

Щелочами. Вдыхание теплого водяного пара (в воду добавить немного лимонной кислоты). Внутрь – теплое молоко с медом, кодеин (0,015 г) или дионин (0,01 г). Горчичники. При попадании в органы пищеварения смазать слизистые оболочки рта и горла 1%-м раствором новокаина. Внутрь – по сто-

ловой ложке 1%-го раствора лимонной кислоты каждые 3-5 минут, крахмальный клейстер с добавлением лимонной или уксусной кислоты, 2-3 столовые ложки растительного масла, кусочки льда. Консультация врача.

Меры первой помощи при отравлениях органическими веществами

Эфиром, хлороформом, спиртом. Свежий воздух. Внутрь 0,03 г фенамина или 0,1 г коразол, или 30 капель кордиамина, или 0,5 г камфоры. Искусственное дыхание и вдыхание кислорода.