Комитет по рыболовству РФ

Дальневосточный Государственный Технический

Рыбохозяйственный Университет

**КУРСОВАЯ РАБОТА**

по дисциплине “Методы исследования свойств сырья и пищевых продуктов”

Тема: **Изучение методов оценки качества вологодского масла**

Выполнила: Проверила:

студентка гр. ТП-41 преподаватель

Креймак С. Е. Шнейдерман С. И.

**Владивосток**

**2001 г**

**Содержание стр.**

Введение ……………………………………………………………………….…3

1. Основы технологии производства продукта………………………………..4
   1. Вид сырья, используемого для изготовления продукта…………………6
2. Требования к показателям качества готового изделия и сырья……………9
3. Методы, используемые для оценки качества готового продукта и

Сырья……………………………………………………………………………..12

1. Характеристика органолептических, физических, физико-

химических методов анализа для данного продукта и сырья………………...15

Заключение………………………………………………………………….……72

Список использованной литературы…………………………………………...73

**Введение**

Целью данной работы является изучение методов оценки качества масла вологодского.

Задание следующее:

1. Изучить требования к показателям качества готового продукта и сырья;
2. Определить органолептические, физические и физико-химические методы анализа готового продукта и сырья и охарактеризовать их.

Сливочное масло – продукт с высокой концентрацией молочного жира, обладающего среди природных жиров наибольшей пищевой и биологической ценностью.

Известно свыше 20 видов масла, различающихся по химическому составу, вкусу, запаху и консистенции. Качество и свойства масла зависят от методов переработки сливок, применяемого сырья, вкусовых и ароматических добавок.

М. М. Казанский предложил классифицировать масло в зависимости от химического состава, используемого сырья и технологии. Принципы этой классификации легли в основу современного видового состава масла. Согласно им масло классифицируется на:

1. масло из сливок молока (сливочное):

традиционного состава – сладкосливочное, вологодское, кислосливочное;

нетрадиционного состава – с повышенным содержанием молочной плазмы (любительское, крестьянское, бутербродное, башкирское), с частичной заменой молочного жира растительным маслом (диетическое, славянское и др.), масло с наполнителями(шоколадное, десертное, сливочная паста и др.).

1. масло из сливок молочной сыворотки – подсырное, станичное.
2. Масло, подвергнутое тепловой или механической обработке – плавленое, стерилизованное, восстановленное, топленое, молочный жир.

Масло вологодское обладает специфическим выраженным запахом («ореховый» привкус). Его вырабатывают только несоленым.

1. **1.Основы технологии производства масла вологодского**

Технологическая схема производства масла сливочного методом сбивания сливок приведена на рисунке 1 (1).

Получение молока на ферме

Первичная обработка молока

Транспортировка молока

Приёмка молока

Охлаждение молока

Хранение молока

Подогревание молока

Сепарирование молока

Пастеризация молока

Низкотемпературная подготовка сливок

(физическое созревание сливок)

Сбивание сливок

Промывка масляного зерна

Механическая обработка масла

Упаковка масла

Хранение масла на заводе

Рис.1 Схема производства масла сливочного методом сбивания

При изготовлении масла методом сбивания сливок поступающее на завод сырьё сортируют и взвешивают на весах или с помощью молокосчётчика. Принятое молоко сливают в приёмную ванну, откуда насосом оно подаётся в пластинчатый теплообменник. Подогретое до температуры сепарирования молоко поступает в сепараторы сливкоотделители. Сливки из сепаратора, а также поступающие с сепараторных отделений, насосом перекачиваются в пластинчато-пастеризационную установку, где они проходят пастеризацию при температуре 93 – 97 °С. Цель пастеризации – максимальное уничтожение микрофлоры и разрушение липазы, пероксидазы, протеазы и галактазы, ускоряющих порчу масла. Термоустойчивые ферменты молока (галактаза и липаза бактериального происхождения) инактивируются при температурах выше 85 °С, пероксидаза и колостральная липаза разрушаются при нагревании выше 80 °С. Немедленно после пастеризации сливки быстро охлаждают в потоке до температуры ниже точки отвердевания молочного жира (2 – 18 °С). Быстрое охлаждение сливок препятствует развитию остаточной микрофлоры и вытапливанию жира, способствует сохранению приобретённых при пастеризации вкуса и запаха, интенсифицирует отвердевание жира при последующем их физическом созревании.

Физическое созревание сливок рекомендуется проводить с помощью многоступенчатых режимов созревания, что обеспечивает должное протекание и завершение фазовых изменений глицеридов молочного жира, необходимых для получения масла хорошей консистенции и минимального отхода жира в пахту. Кроме того, такие режимы учитывают сезонные изменения химического состава жира, поэтому их разделяют на летние и зимние. В осенне-зимнее время обеспечивается более высокая степень отвердевания жира, чем в весенне-летнее, и в твёрдой фазе жира превалируют легкоплавкие и среднеплавкие группы глицеридов. Поэтому зимний режим обеспечивает образование более пластичной консистенции масла, а летний – более твёрдой и термоустойчивой.

Наибольшим распространением пользуются режимы: зимний – 2 – 8 16 – 21 13 – 15 °С, летний – 21 – 16 2 – 8 9 – 12 °С. На первых двух ступенях проводится подготовка сливок к сбиванию, на последней – сбивание. Сбивание происходит в маслоизготовителях, причем наиболее полное сбивание достигается при наполнении маслоизготовителя на 40 – 50 % общей его вместимости.

Поверхностная плазма зерен образует в масле макрокапли, соединенные широкими протоками, через которые могут осуществляться диффузия питательных веществ и продвижение микробов. При промывке масляного зерна водой поверхностная пахта, богатая питательными веществами для микробов, удаляется, этим повышается стойкость масла при хранении. Однако, с промывкой удаляются вкусовые и ароматические вещества плазмы, ослабляются вкус и аромат масла, придается ему пустоватый вкус. Кроме того, плазма масла обладает антиокислительными свойствами вследствие содержащихся в ней сульфгидрильных групп (-SH), токоферола (витамина Е), β – каротина, фосфатидов. Поэтому промывка масла оправдана для бактериально загрязненных сливок и при хранении масла при температурах, близких к положительным.

Целью механической обработки масла является получение пласта однородной консистенции, регулирования содержания влаги, диспергирование ее до минимальных размеров и равномерное распределение. Масло обрабатывают с помощью вальцов, лопастей, а в безвальцовых – за счет ударов о стенки.

Далее масло упаковывается в алюминиевую фольгу, полимерную тару и др. виды тары.

Упакованное масло сразу же помещают в маслохранилище, где его хранят до отправки на базу или холодильник при температуре от – 4 до – 6 °С и относительной влажности воздуха не более 80 %. Более высокая влажность способствует развитию плесени (2).

**1.1 Вид сырья, используемого для изготовления масла вологодского, краткая его характеристика**

Для производства вологодского масла применяется следующее сырьё и основные материалы (3):

* молоко коровье закупаемое не ниже первого сорта по ГОСТ 13264-88;
* сливки не ниже первого сорта по ТИ.

Итак, основным сырьём для производства масла вологодского является молоко. Химический состав молока коровы в процентном соотношении представлен в табл.1.1 (4).

Таблица 1.1.

Химический состав молока, %

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Показатели | Средняя массовая доля | Колебания |
| 1 | 2 | 3 |
| Вода | 87,5 | 83,5-90,0 |
| Сухое вещество:  жир  белки  В том числе:  казеин  альбумин  глобулин | 12,5  3,8  3,3  2,7  0,5  0,1 | 10,0-16,5  2,7-7,0  2,0 - 4,5  1,8 -4,0  0,2-0,7  0,05-0,15 |
| Молочный сахар (лактоза) | 4,7 | 4,0-5,3 |
| Минеральные вещества (зола) | 0,7 | 0,5-1,0 |

Энергетическая ценность 1 кг молока среднего химического состава равна 2742 кДж (663 ккал).

Энергетическая ценность 1 г молочного жира равна 37,681 кДж (9 ккал).

Белки молока содержат почти все незаменимые аминокислоты: Триптофан, Фенилаланин, Метионин, Лизин, Валин, Треонин, Аргинин, Цистеин, Лейцин, Изолейцин. Усвояемость молочного жира составляет 95%, молочного сахара – 98 %. Молоко активирует работу желудочно-кишечного тракта и усваивается даже при слабой секреторной работе пищеварительных желёз.

В состав жира молока входит группа незаменимых жирных кислот: Линоленовая С**17**Н**31**СООН, Линоленовая С**17**Н**29**СООН, Арахидоновая С**19**Н**31**СООН – составляющих витамин F.

Минеральные вещества, содержащиеся в молоке, представлены в табл. 1.2. и табл. 1.3 (4).

Таблица 1.2

Содержание макроэлементов в молоке, мг %

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Макроэлемент | Содержание в молоке | |
| Среднее | Колебания |
| 1 | 2 | 3 |
| Натрий  Калий  Кальций  Магний | 50  145  120  13 | 35-60  135-155  100-140  10-15 |

Окончание табл. 1.2

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 |
| Фосфор (общий)  Фосфор (неорганический) в виде РО  Хлорид  Сульфат  Карбонат (в форме НСО3ˉ ¹)  Цитрат (в форме остатка лимонной кислоты) | 95  75  100  10  20  175 | 75-110  -  80-140  -  -  - |

Таблица 1.3

Содержание микроэлементов в молоке, мг/кг

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Микроэлемент | По З.Х. Диланяну | По Г.С. Инихову |
| 1 | 2 | 3 |
| Медь  Марганец  Молибден  Кобальт  Цинк  Железо  Алюминий  Никель  Свинец  Олово  Серебро  Кремний  Йод  Титан, хром, ванадий, сурьма, стронций | 0,067-0,205  0,116-0,365  0,015-0,103  0,001-0,025  0,007-2,493  2,25-77,19  1,27-22,0  0,010-0,329  0,017-0,091  0,004-0,074  0,0002-0,11  1,73-4,95  0,012-0,020  Десятые доли мг или следы | 0,06  0,06  -  0,25  0,40  0,50  -  -  0,02  -  -  -  0,05  - |

Витамины представлены в табл. 1.4 (4).

Таблица 1.4

Содержание витаминов в молоке

|  |  |
| --- | --- |
| Витамины | Содержание в 1 кг молока |
| 1 | 2 |
| Водорастворимые:  С (аскорбиновая кислота)  В1 (тиамин)  В2 (рибофлавин)  В3 (пантотеновая кислота)  В6 (пиридоксин)  В9 (фолиевая кислота)  В9 (кобаламин)  РР (ниацин)  Холин  Н (биотин) | 3-35 мг  500 мкг  1-2,8 мг  2,7мг  0,5-1,8 мг  3,9 мг  1,51 мг  60-480 мг  0,047 мг  0,5 мг |

Окончание табл. 1.4

|  |  |
| --- | --- |
| 1 | 2 |
| Жирорастворимые:  А (ретинол)  D (D1, D2, D3, D4 и D5) (кальциферол)  Е (α, β и γ - токоферолы)  К (К1 и К2)  F | 0,15 мг  0,5 мг  0,6-1,23 мг  -  1,6-2 г |

Сливки являются полидисперсной многофазной системой. Состоят они из тех же компонентов, что и молоко, но с другим соотношением между жировой фазой и плазмой (нежировыми компонентами), вследствие чего физико-химические свойства молока и сливок (вязкость, кислотность, дисперсность жировой фазы и др.) существенно различаются. Компонентный состав сливок приведен в табл. 1.5 (4).

Таблица 1.5

Содержание компонентов в сливках

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Компоненты сливок | Единица измерения | Массовая доля, % |
| 1 | 2 | 3 |
| Жир  Вода  Сухой обезжиренный молочный остаток  в том числе:  белки  лактоза  зола  фосфор  кальций  Свободные летучие жирные кислоты  в том числе:  муравьиная  уксусная  пропионовая  масляная  Коньюгированные жирные кислоты  в том числе:  диеновые  триеновые  тетраеновые  Фосфолипиды  Холестерин | %  %  г/100 г  мг %  %  мг/100 г  мг/100 г | 25 – 45  66,27 – 49,85  8,73 – 5,15  2,95 – 1,74  4,93 – 2,91  0,58 – 0,34  0,154 – 0,091  0,120 – 0,071  10,761  0,691  3,68  0,57  1,33  1,83  1,8  0,02  0,001  180,5  101,7 |

По содержанию жира сливки бывают (1):

* традиционные 10 **÷** 45 %;
* повышенной жирности 46 **÷** 60 –61 %;
* высокожирные более 61 – 61,5 %.

**2.Требования к показателям качества готового изделия и сырья**

Для производства вологодского масла применяется следующее сырьё и основные материалы (3):

* молоко коровье закупаемое не ниже первого сорта по ГОСТ 13264-88;
* сливки не ниже первого сорта по технологической инструкции.

# Молоко коровье ГОСТ 13264-88

Сырое молоко подразделяется на три сорта – высший, первый и второй в соответствии с требованиями, указанными в табл.2.1 (5).

## Таблица 2.1

Требования, предъявляемые к сырому молоку

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Наименование показателя | Норма для сортов | | | | |
| высшего | первого | | | второго |
| 1 | 2 | | 3 | | 4 |
| Запах и вкус | Свойственные для молока, без посторонних запахов и привкусов | | | | |
|  | | |  | Допускается слабовыраженный кормовой запах и привкус в зимне-весенний период года |
| Кислотность | 16 – 18 | | | 16 –18 | 16 -20 |
| Степень чистоты по эталону, не ниже группы | 1 | | | 1 | 2 |
| Бактериальная обсеменённость, тыс./см | до 300 | | | От  300 до 500 | От  500 до 4000 |
| Содержание соматических клеток, тыс./см, не более | 500 | | | 1000 | 1000 |

**Сливки из коровьего молока ТУ 10.02.867 – 90**

Сливки подразделяются на два сорта – первый и второй, согласно требованиям, указанным в табл. 2.2 (1).

Таблица 2.2

Требования, предъявляемые к составу и качеству сливок в маслоделии

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Показатели | Характеристика и норма для сливок - сорта | |
| I | II |
| 1 | 2 | 3 |
| Вкус и запах | Характерный сливочный, сладковатый, с привкусом пастеризации для пастеризованных сливок | Характерный сливочный, сладковатый, с привкусом пастеризации для пастеризованных сливок; допускается слабовыраженный кормовой и недостаточно чистый |

Окончание табл. 2.2

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 |
| Консистенция | Однородная, без комочков жира, хлопьев белка, следов замораживания и посторонних включений | Однородный, без посторонних включений. Допускаются единичные комочки жира и следы замораживания |
| Цвет | Белый с кремовым оттенком, равномерный по всей массе | |
| Массовая доля жира, % | 20 - 55 | 20 – 55 |
| Кислотность (° Т ) при массовой доле жира, %:  20 **÷** 27  28 **÷** 38  39 **÷** 49  50 **÷** 55 | 17  15  14  13 | 19  18  17  15 |
| Термоустойчивость сливок при пробе:  на кипячение и хлоркальциевой;  алкогольной | Отсутствие хлопьев белка  I – II группа | Допускаются отдельные хлопья белка  III – IV группа |
| Бактериальная обсемененность – по редуктазной пробе, класс, не ниже | I | II |
| Общее количество бактерий, тыс. клеток в 1 мл | Менее 500 | До 4000 |
| Температура сливок (°С) при приемке на завод, не выше | 10 | 10 |

##### Масло коровье ГОСТ 37-91. ТУ (вологодское)

###### Требования, предъявляемые к вологодскому маслу представлены в табл. 2.3 (3).

Таблица 2.3

Требования, предъявляемые к вологодскому маслу

|  |  |
| --- | --- |
| Показатели | Характеристика масла вологодского |
| 1 | 2 |
| Вкус и запах | Чистый, хорошо выраженный вкус и запах сливок, подвергнутых пастеризации при высоких температурах, без посторонних привкусов и запахов |
| Консистенция и внешний вид | Однородная, пластичная, плотная. Поверхность масла на разрезе блестящая сухая на вид |
| Цвет | От белого до жёлтого, однородная по всей массе |
| Жира, %, не менее | 82,5 |
| Влаги, %, не более | 16,0 |
| Титруемая кислотность, °Т, или рН плазмы | Не более 22 °Т или pH не менее 6,31 |

Окончание табл. 2.3

|  |  |
| --- | --- |
| 1 | 2 |
| Массовая доля вносимого каротина, %, не более | 0,1 |
| Количество мезофильных аэробных и факультативно анаэробных микроорганизмов, КОЕ в 1 г продукта, не более | 1,0\*10 |
| БГКП не допускается в 1 г продукта | 0,1 |
| Патогенные микроорганизмы, в том числе сальмонеллы, в 25 г продукта | Не допускаются |

**3. Методы, используемые для оценки качества готового продукта и сырья**

Показатели, по которым производят оценку качества сырья и готового продукта, а также методы исследования приведены в табл. 3.1 (1, 3, 6) .

Таблица 3.1

Методы оценки качества сырья и готового продукта

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Показатель качества сырья и готового продукта | Метод испытания | Нормативный документ на метод исследования | Наименование нормативного документа |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| Сырье | | | |
| 1. **Молоко**    1. Отбор проб    2. Запах и вкус    3. Плотность    4. Кислотность    5. Массовая доля жира   1.6. Степень чистоты по эталону  **2. Сливки**  2.1. Отбор проб    2.2. Вкус и запах  2.3. Консистенция  2.4. Цвет  2.5. Массовая доля жира | Физический  Органолептический  Физический  Физико-химический  Физико-химический  Физический  Физический  Органолептический  Органолептический  Органолептический Физико-химический | ГОСТ 13928-84  ГОСТ 13264-88  ГОСТ 3625-84  ГОСТ 3624-92  ГОСТ 5867-90 (СТ СЭВ 3838-82)  ГОСТ 8218-89  ГОСТ 13928-84  ТУ 10.02.867-90 ТУ 10.02.867-90ТУ 10.02.867-90 ГОСТ 5867-90 (СТ СЭВ 3838-82) | Молоко и сливки. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу  Молоко коровье  Молоко и молочные продукты. Методы определения плотности  Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности  Молоко и молочные продукты. Методы определения жира  Молоко. Метод определения чистоты  Молоко и сливки. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу  Сливки из коровьего молока  Сливки из коровьего молока  Сливки из коровьего молока  Молоко и молочные продукты. Методы определения жира |

Продолжение табл. 3.1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 2.6. Кислотность  2.7. Термоустой-  чивость сливок при алкогольной пробе | Физико-химический  Химический | ГОСТ 3624-92  ГОСТ 25228-82 | Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности  Молоко и сливки. Метод определения термоустой-  чивости по алкогольной пробе |
| Готовый продукт | | | |
| **3. Масло воло- годское**  3.1. Отбор проб  3.2. Вкус и запах  3.3. Консистенция и внешний вид  3.4. Цвет  3.5. Массовая доля жира  3.6. Массовая доля влаги  3.7. Титруемая кислотность или рН плазмы масла  3.8. Содержание каротина  3.8. Содержание токсичных эле- ментов | ФизическийОрганолептическийОрганолептическийОрганолептическийФизико-химический Физический, физико-химический  Физико-химический  По фактической закладке  Физико-химические | ГОСТ 26809-86  ГОСТ 37-91  ГОСТ 37-91  ГОСТ 37-91  ГОСТ 5867-90 (СТ СЭВ 3838-82)  ГОСТ 3626-73  ГОСТ 3624-92  -  ГОСТ 26929-86  ГОСТ 26927-86  ГОСТ 26928-86  ГОСТ 26930-86  ГОСТ 26931-86 | Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию  Масло коровье  Масло коровье  Масло коровье  Молоко и молочные продукты. Методы определения жира  Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества  Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности  -  Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб.  Минерализация для определения токсичных элементов  Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути  Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути  Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка  Сырье и продукты пищевые. Методы определения меди |

Окончание табл. 3.1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
|  |  | ГОСТ 26932-86  ГОСТ 26933-86  ГОСТ 26934-86 | Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца  Сырье и продукты пищевые. Метод определения кадмия  Сырье и продукты пищевые. Метод определения цинка |

**4. Характеристика органолептических, физических, физико-химических методов анализа для масла вологодского и сырья, необходимого для его производства**

**I. МОЛОКО КОРОВЬЕ (ГОСТ 13264-88):**

* **ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу**

**1. Правила приемки**

1.1. Молоко и сливки принимают партиями.

1.2. Партией считают молоко и сливки от одного хозяйства, од­ного сорта, в однородной таре и оформленные одним сопроводи­тельным документом.

1.3. При транспортировании молока или сливок в цистернах партией считают каждую цистерну или ее секцию (отсек).

1.4. Контроль качества молока и сливок по физико-химическим показателям и молока по микробиологическим показателям осу­ществляют путем анализа объединенной пробы, составленной для каждой партии продукции.

Температуру молока в цистернах измеряют в каждой цистерне или в секции (отсеке) отдельно. При невозможности измерения тем­пературы молока непосредственно в цистерне ее измеряют в черпаке над люком. Для этого черпак должен предварительно находиться в молоке, температура которого измеряется не менее 20 с. Темпера­туру молока во флягах измеряют выборочно: для партии до 15 фляг — в 2 флягах; от 15 и более фляг — в 3 флягах.

1.5. При получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей качества, за исключением температуры молока во флягах, по нему проводят повторный анализ удвоенного объема объединенной пробы, состав­ленной от той же партии продукции.

Если температура молока в отдельных флягах, включенных в выборку, превышает установленную требованиям нормативно-тех­нической документации, объем выборки удваивается.

Результаты повторных анализов распространяются на всю партию.

**2. Метод отбора проб**

2.1. Общие правила отбора проб

2.1.1. Отбор проб молока сливок производят в присутствии сдат­чика (приемщика). При доставке молока и сливок с низовых заводов железнодорожным или водным транспортом допускается отбор проб производить без присутствия сдатчика.

2.1.2. Перед отбором проб осматривают всю партию и устанавливают недостатки упаковки (неисправность тары, отсутствие пломб, загрязненность, утечку). Пробы отбирают от продуктов, упакованных в чистую и исправную тару.

2.1.3. Методы отбора проб и подготовку их для микробиологи­ческих анализов производят по ГОСТ 9225—84.

2.1.4. После вскрытия фляг и отсеков цистерн скопившийся на крышках и стенках жир (но не сбившийся) снимают шпателем (лопаткой), очищают в эти же фляги и цистерны и перемешивают.

2.1.5. При отборе точечной пробы молока и сливок применяют кружки с удлиненными ручками вместимостью 0,50 или 0,25 дм**³** (л) металлические или пластмассовые цилиндрические трубки с внутренним диаметром 9 мм по всей длине трубки.

2.1.6. От партии молока и сливок, отвечающих по органолептическим показателям (запах и цвет, а вкус после кипячения) и кислотности (определяемой для молока предельным методом, а для сливок методом титрования по ГОСТ 3624—92) требованиям ГОСТ 13264—88 или технических условий, отбирают объединенную пробу. Органолептические показатели и кислотность определяют в каж­дой упаковочной единице партии.

2.1.7. Пробоотборники и мутовки, применяемые для отбора проб и перемешивания молока и сливок, должны быть изготовлены из нержавеющей стали, алюминия или полимерных материалов, раз­решенных Министерством здравоохранения СССР для пищевой промышленности, соответствовать требованиям действующей до­кументации и такой длины, чтобы при погружении в тару до дна часть их оставалась непогруженной.

2.1.8. Пробоотборники и посуда, применяемые при отборе проб, должны быть чистыми, не иметь постороннего запаха и ополосну­тыми исследуемым продуктом. Посуда, в которую помещают пробы молока, должна быть удобной для дальнейшей работы и закрывать­ся резиновыми пробками или крышками из фольги, полимерных или других материалов, разрешенных Министерством здравоохра­нения СССР для пищевой промышленности.

2.2. Отбор проб молока

2.2.1. При наличии механических мешалок молоко перемешива­ют в автомобильных цистернах в течение 3 - 4 мин, в железнодо­рожных цистернах — в течение 15 - 20 мин, добиваясь полной его однородности, не допуская сильного вспенивания и переливания через край.

2.2.2. Молоко во флягах и, при отсутствии механических меша­лок, в автомобильных цистернах перемешивают мутовкой, переме­щая ее вверх и вниз 8 - 10 раз, добиваясь полной его однородности.

2.2.3. После перемешивания молока во флягах точечную пробу отбирают трубкой (п. 2.1.5) из каждой единицы продукции в пар­тии, медленно погружая ее до дна фляги с такой скоростью, чтобы молоко поступало в трубку одновременно с ее погружением. Ото­бранные точечные пробы помещают в посуду, перемешивают и со­ставляют объединенную пробу объемом около 1,00 дм**3** (л).

2.2.4. После перемешивания молока в целиком заполненных од­нородных железнодорожных и автомобильных цистернах точечные пробы отбирают кружкой или трубкой, медленно погружая ее до дна тары. Из каждой секции (отсека) цистерны точечные пробы отбирают в одинаковом количестве. Точечные пробы помещают в посуду, перемешивают и составляют из них объединенную пробу объемом около 1,00 дм**3** (л).

При неполном заполнении секций (отсеков) цистерны (ниже метки) или при различной их вместимости объединенные пробы составляют по каждой секции (отсеку) отдельно. Для этого из каждой секции (отсека) отбирают точечные пробы (не менее двух), по­мещают их в посуду, перемешивают и составляют объединенную пробу объемом около 1,00 дм**3** (л).

2.2.5. Из объединенной пробы молока после перемешивания выделяют пробу, предназначенную для анализа, объемом около 0,50 дм**³** (л).

2.2.6. От молока, сдаваемого индивидуальными сдатчиками, то­чечные пробы отбирают из молокомера от каждой сдачи после пе­ремешивания молока.

Точечные пробы отбирают трубкой, медленно погружая ее до дна молокомера.

Точечные пробы помещают в посуду, перемешивают и составля­ют объединенную пробу, от которой отбирают пробу, предназна­ченную для анализа, объемом около 0,15 см**3** (мл) и консервируя ее. Пробы молока, предназначенные для анализа, консервируют путем добавления следующих консервантов:

на 100 см**³** (мл) молока — 1 см**3** (мл) раствора двухромовокислого калия, массовая доля 10% (или 0,10 г кристаллического) или 1—2 капли (0,20—0,50) см**3** (мл) раствора формалина, массовая доля 40 %.

Объем и наименование консерванта должны быть указаны на этикетке и в сопроводительном документе.

Консервированные пробы, предназначенные для анализа, поме­щают в одну емкость и составляют из них среднюю консервирован­ную пробу за декаду.

Хранение консервированных проб осуществляют в темном месте при температуре от 5 до 20 **°С.** Срок хранения консервированных проб — не более 10 сут.

2.2.7. Подмороженное молоко перед отбором проб подогревают до температуры (50 + 5) **°**С и перемешивают.

2.3. Отбор проб сливок

2.3.1. Перед отбором проб сливки во флягах или автоцистернах перемешивают мутовкой, перемещая ее вверх и вниз 10—15 раз.

2.3.2. Отбор точечных проб для составления объединенной про­бы сливок объемом около 0,50 дм**³** (л) производят так же, как для молока (пп. 2.2.3, 2.2.4). Из объединенной пробы сливок после пе­ремешивания выделяют пробу, предназначенную для анализа, объ­емом около 0,10 дм**3** (л).

При отборе тачечных проб и составлении объединенной пробы сливок на металлическую трубку надевается резиновое кольцо, при помощи которого снимается слой сливок с наружных стенок труб­ки.

2.3.3. Отбор проб от подмороженных сливок и со сбившимся жиром не проводят.

2.4. Объем молока и сливок, оставшийся после составления объ­единенной пробы и выделения пробы, предназначенной для анали­за, присоединяют к партии.

2.5. Маркировка и хранение проб 2.5.1. На посуду с пробами для анализа молока или сливок долж­на быть наклеена этикетка или бирка, сохраняющаяся до оконча­ния анализа, на которой указывают наименование сдатчика, дату и время отбора проб молока или сливок.

2.5.2. Пробы молока и сливок подвергают анализу сразу после отбора проб.

**3. Подготовка пробы к анализу**

3.1. Пробы молока и сливок, предназначенные для определения физико-химических показателей, перемешивают путем перевертывания посуды не менее трех раз или переливания в другую сухую посуду и обратно не менее двух раз,

3.2. При определении физико-химических показателей пробы молока и сливок доводят до температуры (20±2) °С.

3.3. Перед исследованием консервированной пробы и пробы с отстоявшимся слоем сливок нагревают до температуры (35±5) **°**С в водяной бане с температурой (48±2) °С и охлаждают до температу­ры (20±2) °С (7).

Пояснения к данному стандарту приведены в табл. 4.1 (7).

Таблица 4.1.

# Пояснения к терминам, применяемым в настоящем стандарте

|  |  |
| --- | --- |
| Термин | Пояснение |
| 1 | 2 |
| Точечная пробаОбъединенная пробаПроба Упаковочная проба | Проба, взятая единовременно из определенной части нештучной продукции (молока или сливок во фляге, отсеке цистерны)  Проба, составленная из серии точечных проб, помещенных в одну емкость  Определенное количество молока или сливок, отобранное для анализа  Фляга, отсек цистерны |

* ГОСТ 13264-88 Молоко коровье. Требования при заготовке

В данном ГОСТе дано описание органолептических характеристик молока,  
 которые приведены в п. 2 данной курсовой работы.

* ГОСТ 3625-84 Молоко и молочные продукты. Методы определения плотности

**1. Метод отбора проб**

1.1. Отбор проб молока и молочных продуктов и подготовка их к испытанию – по ГОСТ 13928.

**2. АРЕОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

2.1.Подготовка к измерению

2.1.1. Плотность заготовляемого коровьего молока определяют при (20 ± 5) °С.

2.1.2. Плотность заготовляемого молока должна определяться не ранее, чем через 2 ч после дойки

2.1.3. Перед определением плотности пробы с отстоявшимся слоем сливок ее нагревают до (35 ± 5) **°С,** перемешивают и охлаж­дают до (20 ± 2) °С.

2.1.4. Ареометры и необходимая стеклянная аппаратура должны быть тщательно вымыты моющими растворами, ополоснуты дистил­лированной или кипяченой питьевой водой, а остатки влаги удале­ны льняной тканью или полотенцем, затем вся аппаратура должна быть выдержана на воздухе до полного высыхания

2.1.5. При массовых анализах допускается ополаскивание ци­линдра молоком, отобранным для очередного определения плотнос­ти исследуемой пробы молока.

2.1.6. После подготовки ареометра к измерениям не допускается касаться руками его рабочей части. Ареометр берут за верхнюю часть стержня, свободную от шкалы. Ареометры, термометры и мешалки, подготовленные к измерениям, хранят в цилиндрах, накрытых покровным стеклом или полиэтиленовым чехлом.

2.1.7. Пробу (объемом 0,25 или 0,50 дм**³** тщательно перемешивают и осторожно, во избежание образования пены, переливают по стен­ке в сухой цилиндр, который следует держать в слегка наклонном положении. Если на поверхности пробы в цилиндре образовалась пена, ее снимают мешалкой.

2.1.8. При возникновении разногласий и оценке качества при определении плотности молока применяют ареометрический метод, заключающийся в том, что пробу нагревают (40 + 2) °С, выдержи­вают при этой температуре в течение (5 ± 1) мин, затем охлаждают ее до (20 ± 2) °С и проводят измерение плотности молока ареометра­ми типа AM или АМТ.

2.2. Проведение измерений

2.2.1. Цилиндр с исследуемой пробой устанавливают на ровной горизонтальной поверхности и измеряют температуру пробы t**1**. От­счет показаний температуры проводят не ранее, чем через 2—4 мин после опускания термометра в пробу.

2.2.2. Сухой и чистый ареометр опускают медленно в исследуе­мую пробу, погружая его до тех пор, пока до предполагаемой отмет­ки ареометрической шкалы не останется 3—4 мм, затем оставляют его в свободно плавающем состоянии. Ареометр не должен касаться стенок цилиндра.

2.2.3. Расположение цилиндра с пробой на горизонтальной по­верхности должно быть, по отношению к источнику света, удобным для отсчета показаний по шкале плотности и шкале термометра.

2.2.4. Первый отсчет показаний плотности ρ**1** проводят визуально со шкалы ареометра через 3мин после установления его в непод­вижном положении. После этого ареометр осторожно приподнима­ют на высоту до уровня балласта в неми снова опускают, оставляя его в свободно плавающемсостоянии. После установления его в не­подвижном состоянии, проводятвторой отсчет показаний плотнос­ти р**2**.При отсчете показаний плотностиглаз должен находиться на уровне мениска. Отсчет показаний проводят поверхнему краю ме­ниска.

Отсчет показаний по ареометрам типов AM и АМТ проводят до половины цены наименьшего деления шкалы. В ареометрах типов АОН-1 и АОН-2 отсчет показаний проводят до цены наименьшего деления.

Затем измеряют температуру t**2** пробы.

2.2.5. Измерение температуры пробы при использовании арео­метров типов AM, АМТ, АОН-1 и АОН-2 проводят с помощью ртутных и нертутных стеклянных термометров.

2.2.6. Расхождение между повторными определениями и плотности (последовательноодно определение за другим в одной и той же про­бе)не должно превышать 0,5 кг/м**3** для ареометров типов АМ и АМТ и 1,0 кг/м3 для ареометров типов АО Н-1 и АО Н.

2.2.7. При проведении массовых измерений плотности молока допускается: при измерении плотности очередной пробы молока прикасаются нижним концом ареометра, извлекаемого из молока, к внутренней поверхности цилиндра и немедленно после стекания с ареометра основной части молока погружают его в другой цилиндр с новой пробой молока, не допуская засыхания молока на поверхности ареометра. Затем повторяют измерения по пп. 2.2.1. - 2.2.5.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. За среднее значение температуры исследуемой пробы при­нимают среднееарифметическое результатов двухпоказаний t**1** и t**2**.

2.3.2. За среднее значение показаний ареометра при температуре t (ρ´**ср**) исследуемой пробы молока принимается среднее арифме­тическое результатов двух показаний ρ**1** и ρ**2**.

2.3.3. Если проба во время определения плотности имела температуру выше илиниже 20 °С, то результатыопределения плотности при температуре t должны быть приведены к 20 **°**С и соответствии с таблицами приложения 2или 3.

2.3.4.По таблицам в левой крайней графенаходят строку со зна­чением ρ´**ср**, а в последующих графах таблиц - температуру tнапересечении соответствующей строки и графы находят значение плотностимолока при 20 **°**С**,** которое принимается за окончательный ре­зультат.

2.3.5. Если заготовляемое или обезжиренное коровье молоко име­ет температуру от 10 до 15 °С, тодля определения его фактической плотности к полученному попп. 2.2.1, 2.2.1—2.2.5., 2.3.1. и 2.3.2. зна­чению плотности пробы этого молока ρ´**ср** добавляют поправку, найденную по таблицам приложения 4 или 5.

2.3.6. Результат определения плотности молока ρ**²ºм** с учетом по­грешности метода должен быть представлен в виде формулы

ρ**²ºм**  = ρ**т** + Δ ρ**а**; Р = 0,99,

где ρ**т** — значение, плотности, приведенной к 20 **°**С**,** кг/дм**³**, найден­ноепо таблице приложений 2 и 3;

Δ ρ**а** — погрешность определения плотности молока ареометрическим методом, не более ± 0,5 кг/м**3**;

Р -вероятность, с которойпогрешность измерения находится в границах от минус Δ ρ**а** до плюс Δ ρ**а**.

2.3.7. Допускаемое расхождение между результатами определения плотности молока ρ**²ºм** одним типом ареометров в различных усло­виях (в разное время, в разных местах и разными операторами) не должно превышать 0,8 кг/м**3**.

**3. ПИКНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ**

Пикнометрический метод предназначен для проведения научных и экспериментальных исследований по определению плотности мо­лока.

3.1. Подготовка к измерению

3.1.1. Пикнометры (не менее двух) должны быть тщательно вымыты моющими растворами и промыты дистиллированной водой. После этого их высушивают в электропечи при (110 ± 10) °С не менее 30 мин, вынимают из электропечи, выдерживают при комнат­ной температуре не менее 30 мин и взвешивают методом точного взвешивания.

Затем пикнометры снова помещают в электропечь и выдерживают при той же температуре не менее 15 мин, вынимают из электропечи выдерживают в помещении не менее 30 мин и взвешивают. Разность между результатами двух взвешиваний каждого пикнометра не должна превышать 3 \* 10ˉ кг для весов 2-го класса точности и пикнометра и 5 \* 10ˉ кг для весов 4 –го класса точности. Если указанное условие не соблюдается, то высушивание следует повторить.

За значение массы гирь, уравновешивающих каждый пустой пикнометр в воздухе, принимают среднее арифметическое результатов двух взвешиваний m1.

3.1.2. Пикнометры заполняют при помощи шприца свежекипяченой охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой немного выше отметки на их шейке и закрывают пробками, помещают в стакан с водой так, чтобы вода покрывала заполненную часть пикнометров и опускают стакан в термостат. Пикнометры выдерживают в термостате при (20,00 ± 0,05) °С в течение 30 мин. Температуру воды контролируют термометром с ценой деления 0,01 °С, опущенным в термостат.

3.1.3. Пикнометры вынимают из термостата, доводят при помощи шприца и фильтровальной бумаги уровень воды до отметки на их шейке (по верхнему краю мениска). Внутреннюю поверхность шейки пикнометров выше отметки тщательно вытирают фильтроваль­ной ­бумагой, не касаясь уровня воды в пикнометрах, вытирают сна­ружи досуха полотенцем и оставляют в витрине весов не менее 20 мин. После этого пикнометры взвешивают. Опыт повторяют по [пп. 3.1.2. и 3.1.3. не менее трех раз для каждого пикнометра. За значе­ние массы гирь, уравновешивающих каждый пикнометр с водой, принимают среднее арифметическое результатов всех взвешива­ний m2. Значение массы гирь, уравновешивающих пустой пикнометр и пикнометр с водой, определяют повторно для каждого пикнометра после 20 определений плотности молока.

3.1.4. Воду выливают из пикнометров и высушивают их как указа­но в п. 3.1.1.

3.1.5. Пробу молока нагревают до (40 ± 2) °С, выдерживают в течение (5 + 1) мин и охлаждают до (20 ± 2) °С.

3.2. Проведение измерений

3.2.1. Подготовленные к измерениям пикнометры (не менее двух) заполняют при помощи шприца предварительно тщательно переме­шанной исследуемой пробой заготовляемого коровьего молока немного выше отметки на их шейке и закрывают пробками. Пикнометры термостатируют и доводят уровень иссле­дуемой пробы до отметки на их шейке как указано в пп. 3.1.2 и 3.1.3. За значение массы гирь, уравновешивающих каждый пикнометр с молоком, принимают среднее арифметическое результатов двух взве­шивании m**3**.

3.2.2. После проведения измерений из пикнометров выливают молоко, и сгущенные молочные консервы промывают, высушивают, закрывают пробкой и хранят до проведения новых измерений.

3.3. Обработка результатов

3.4. Плотность молока ρ, при 20 °С, кг/м**³** вычисляют по формуле

m**3** – m**1**

ρ**1** = \* (ρ**в** – е) + е,

m**2** – m**1**

где m**1**, m**2**, m**3**- массы гирь, уравновешивающих, соответственно, пустой пикнометр, пикнометр с водой и пикно­метр с молоком, кг;

ρ — плотность воды при 20 °С и нормальном давлении, равном, 1,01 \* 10**5** Па (ρ = 998,20 кг/м**3**);

е-плотность воздуха при 20 **°**С и нормальном давлении (е = 1,2 кг/м**3**).

Аналогично определяют плотность ρ**2** той же пробы молока с по­мощью второго пикнометра.

Допускаемое расхождение между двумя результатами определе­ния плотности не должно превышать по абсолютному значению 0,3 кг/м**3** — для молока. Если расхождения превышают допустимые, то проводят повторные контрольные измерения плотности.

За плотность ρ**ср** молока при 20 ***°С*** принимают среднееарифмети­ческое результатов двух полученных значенийплотности молока ρ**1** и ρ**2** при 20 °С.

3.3.2. Результат определения плотности молока при 20 °Сρ**м, сг** должен быть представлен в виде формулы

ρ**м, сг** = ρ**ср** + Δρ**п**; Р = 0,99 для молока,

где ρ**ср** — среднее арифметическое значение плотности при 20 0С, полученное пикнометрическим методом, кг/м**³**;

Δρ**п** —погрешность определения плотности пикнометрическим методом, ± 0,2 кг/м**3** —для молока;

Р—вероятность, с которой погрешность измерения находится в границах от минус Δρ**п** до плюс Δρ**п**.

3.3.3. Допускаемые расхождения между результатами определе­ния плотности молока пикнометрическим и ареометрическим мето­дами не должны превышать значения величины 1,0 кг/м**5** при 20 °С (8).

* **ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности**

1. **Метод отбора проб**

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

1. **ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод применяется при возникновении разногласий.

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, раствором гидроокиси натрия до заранее заданного значения pH = 8,9 с помощью блока автоматического титрования и индикации точки эквивалентности при помощи потенциометрического анализатора.

2.1. Подготовка к измерениям

2.1.1. *Подготовка приборов*

Подключают блок автоматического титрования к анализатору согласно инструкции, прилагаемой к блоку. Затем подключают блок и анализатор к сети и прогревают их в течение 10 мин.

Заполняют дозатор блока автоматического титрования раствором гидроокиси натрия.

Согласно инструкции, прилагаемой к потенциометрическому анализатору, настраивают его на такой диапазон измерения pH, который включил бы в себя pH = 8,9.

Согласно инструкции, прилагаемой к блоку автоматического титрования, настраивают его на точку эквивалентности, равную 8,9 ед. pH, и устанавливают на блоке значение pH = 4,0, начиная с которого подача гидроокиси натрия должна вестись по каплям.

Устанавливают время выдержки после окончания титрования, равное 30 с.

2.2. Проведение измерений

2.2.1. *Молоко, сливки*

2.2.1.1. В стакан вместимостью 50 см**³** отмеривают 20 см**³** дистиллированной воды и 10 см**³** анализируемого продукта. Смесь тщательно перемешивают.

При анализе сливок переносят остатки продукта из пипетки в стакан путем промывания пипетки полученной смесью 3 – 4 раза.

2.2.1.2. В стакан помещают стержень магнитной мешалки и устанавливают стакан на магнитную мешалку. Включают двигатель мешалки и погружают электроды потенциометрического анализатора и сливную трубку дозатора блока автоматического титрования в стакан с продуктом. Включают кнопку «Пуск» блока автоматического титрования, а спустя 2 – 3 с, кнопку «Выдержка». Раствор гидроокиси натрия при этом начинает поступать из дозатора блока в стакан с продуктом, нейтрализуя последний. По достижении точки эквивалентности (pH = 8,9) и истечении времени выдержки (30 с) процесс нейтрализации практически прекращается, а на панели блока автоматического титрования зажигается сигнал «Конец». После этого отключаются все кнопки. Проводят отсчет количества раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Кислотность в градусах Тернера находят умножением объема, см**³**, раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию определенного объема продукта, на коэффициент 10 (для молока).

2.3.2. Предел допускаемой погрешности результата измерений при принятой доверительной вероятности Р = 0,95 составляет + 0,8 °Т для молока, сливок.

Расхождения между двумя параллельными измерениями не должно превышать 1,2 °Т для молока, сливок.

За окончательный результат принимается среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

При большом расхождении испытание повторяют с четырьмя параллельными определениями. При этом расхождение между средним арифметическим значением результатов четырех определений и любым значением из четырех результатов определения не должно превышать 0,8 °Т для молока, сливок, мороженого, молока с наполнителями.

# МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИКАТОРА ФЕНОЛФТАЛЕИНА

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

3.1. Подготовка к анализу

* + 1. *Приготовление контрольных эталонов окраски для молока и сливок*

В колбу вместимостью 100 или 250 см**³** отмеривают молоко или сливки и дистиллированную воду в следующих объемах: для молока объем продукта составляет 10 см**³**, объем дистиллированной воды – 20 см**³**; для сливок объем продукта – 10 см**³**, объем дистиллированной воды – 20 см**³**, и 1 см**³** раствора сернокислого кобальта. Смесь тщательно перемешивают.

Срок хранения эталона не более 8ч при комнатной температуре.

3.1.2. *Приготовление контрольных эталонов окраски для смеси этилового спирта и диэтилового эфира*

К 10 см**³** спирта добавляют 10 см**³** диэтилового эфира и 1 см**³** раствора сернокислого кобальта. Смесь тщательно перемешивают.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. *Молоко и сливки*

В колбу вместимостью 100 250 см**³** отмеривают дистиллированную воду и анализируемый продукт в объемах, указанных в п. 3.1.1, и три капли фенолфталеина. При анализе сливок переносят остатки продукта из пипетки в колбу путем промывания пипетки полученной смесью 3 – 4 раза.

Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розового окрашивания, для молока и сливок, соответствующего контрольному эталону окраски по п.3.1.1, не исчезающего в течение 1 мин.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Кислотность, в градусах Тернера (°Т), находят умножением объема, см**³**, раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в определенном объеме продукта на коэффициент 10 для молока, сливок.

3.2.3. Допускается погрешность результата анализа при принятой доверительной вероятности Р = 0,95, составляет + 1,9 °Т – для молока и сливок.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 2,6 °Т – для молока и сливок.

За окончательный результат принимается среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

При большом расхождении испытание повторяют с четырьмя параллельными определениями. При этом расхождение между средним арифметическим значением результатов четырех определений и любым значением из четырех результатов определения не должно превышать + 1,8 °Т – для молока и сливок.

1. **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕДЕЛЬНОЙ КИСЛОТНОСТИ МОЛОКА**

Метод применяется при предварительной сортировки молока.

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, избыточным количеством гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина. При этом избыток гидроокиси натрия и интенсивность окраски в полученной смеси обратно пропорциональны кислотности молока.

4.1. Подготовка к анализу

Для определения предельной кислотности готовят рабочие растворы, определяющие соответствующий градус кислотности.

В мерную колбу отмеривают необходимый объем раствора гидроокиси натрия в соответствии с требованиями табл. 4.2., добавляют 10 см**³** фенолфталеина и дистиллированную воду до метки.

## Таблица 4.2

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Объем раствора гидроокиси натрия | 80 | 85 | 90 | 95 | 100 | 105 | 110 |
| Кислотность, °Т | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 |

4.2. Проведение анализа

### В ряд пробирок вносят по 10 см**³** раствора гидроокиси натрия, приготовленного для определения соответствующего градуса кислотности.

### В каждую пробирку с раствором приливают по 5 см**³** молока и содержимое пробирки перемешивают путем перевертывания.

Если содержимое пробирки обесцвечивается, то кислотность данной пробы молока будет выше соответствующего данному раствору градуса.

Под градусом Тернера (°Т) понимают объем, см**³**,водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм**³**, необходимый для нейтрализации 100 г (см**³**) исследуемого продукта.

Под градусами Кеттстофера (°К) понимают объем, см**³**, водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм**³**, необходимый для нейтрализации 5 г сливочного масла или его жировой фазы, умноженный на 2 (9).

* ГОСТ 5867 – 90 (СТ СЭВ 3838 –82) Молоко и молочные продукты. Методы определения жира

1. **Метод отбора проб**

Отбор проб молока и молочных продуктов и подготовка их к анализу – по ГОСТ 13928.

1. **КИСЛОТНЫЙ МЕТОД**

Метод основан на выделении жира из молока и молочных продуктов под действием концентрированной серной кислоты и изоамилового спирта с последующим центрифугированием и измерении объема выделившегося жира в градуированной части жиромера.

* 1. Проведение измерений

2.2.1. *Молоко коровье сырое*

2.2.1.1. В два молочных жиромера (типов 1 – 6 или 1 – 7), стараясь не смочить горло, наливают дозатором по 10 см**³** серной кислоты (плотностью от 1810 до 1820 кг/м**³**) и осторожно, чтобы жидкости не смешивались, добавляют пипеткой по 10,77 см**³** молока, приложив кончик пипетки к горлу жиромера под углом. Уровень молока в пипетке устанавливают по нижней точке мениска.

Молоко из пипетки должно вытекать медленно. После опорожнения пипетку отнимают от горловины жиромера не ранее чем через 3с. выдувание молока из пипетки не допускается. Дозатором добавляют в жиромеры по 1 см**³** изоамилового спирта.

Уровень смеси в жиромере устанавливают на 1 – 2 мм ниже основания горловины жиромера, для чего разрешается добавлять несколько капель дистиллированной воды.

Рекомендуется для повышения точности измерений, особенно для молока низкой плотности, применять взвешивание при дозировке пробы. В этом случае сначала взвешивают 11,00 г молока с отсчетом до 0,005 г, затем приливают серную кислоту и изоамиловый спирт.

2.2.1.2. Жиромеры закрывают сухими пробками, вводя их немного более чем наполовину в горловину жиромеров. Жиромеры встряхивают до полного растворения белковых веществ, переворачивая не менее 5 раз так, чтобы жидкости в них полностью перемешались.

Рекомендуется для обеспечения проведения измерений наносить мел на поверхность пробок для укупорки жиромеров.

2.2.1.3. Устанавливают жиромеры пробкой вниз на 5 мин на водяную баню при температуре (65 + 2) °С.

2.2.1.4. Вынув из бани, жиромеры вставляют в стаканы центрифуги градуированной часть к центру. Жиромеры располагают симметрично, один против другого. При нечетном числе жиромеров в центрифугу помещают жиромер, наполненный водой вместо молока, серной кислотой и изоамиловым спиртом в том же соотношении, что и для анализа.

Жиромеры центрифугируют 5 мин. Каждый жиромер вынимают из центрифуги и движением резиновой пробки регулируют столбик жира так, чтобы он находился в градуированной части жиромера.

2.2.1.5. Жиромеры погружают пробками вниз на 5 мин в водяную баню при температуре (65 + 2) °С, при этом уровень воды в бане должен быть несколько выше уровня жира в жиромере.

2.2.1.6. Жиромеры вынимают по одному из водяной бани и быстро производят отсчет жира. При отсчете жиромер держат вертикально, граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки устанавливают нижнюю границу столбика жира на нулевом или целом делении шкалы жиромера. От него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира с точностью до наименьшего деления шкалы жиромера.

Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира прозрачным. При наличии «кольца» (пробки) буроватого или темно-желтого цвета, различных примесей в столбике жира или размытой нижней границы измерение проводят повторно.

При использовании центрифуги с подогревом жиромеров допускается проведение одного центрифугирования в течении 15 мин с последующей выдержкой в водяной бане при температуре (65 + 2) °С в течении 5 мин.

1. **ОПТИЧЕСКИЙ (ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ) МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В МОЛОКЕ**

Метод основан на фотометрическом измерении степени ослабления лучистого потока светорассеяния слоем жировых шариков молока.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление растворителя*

3.2.1.1. навески – 45 г трилона Б и 7,6 г гидроокиси натрия взвешивают с отсчетом до 0,1 г.

Навески или 45 г трилона Б и 7,6 г гидроокиси натрия из потребительской тары полностью переносят в колбу, растворяют в 3 дм**³** дистиллированной воды, прокипяченной в течении 15 мин и охлажденной до температуры (20 + 2) °С. Раствор в колбе тщательно перемешивают до полного растворения реактивов и выливают в бутыль вместимостью 10 дм**³**, которую предварительно градуируют при помощи мерной колбы и наносят метку для объема воды 10 дм**³** при температуре (20 + 2) °С.

3.2.1.2. Вспомогательное вещество ОП–7 подогревают на водяной бане при температуре от 35 до 40 °С до жидкой консистенции. При помощи пипетки 5 см**³** вспомогательного вещества переносят в колбу вместимостью 3 дм**³** и растворяют в 2 дм**³** дистиллированной воды, прокипяченной в течении 15 мин и охлажденной до температуры (20 + 2) °С. Раствор выливают в стеклянную бутыль вместимостью 10 дм**³**, в которой растворены трилон Б и гидроокись натрия.

3.2.1.3. 2 см**³** пеногасителя АС-60 растворяют в 2 дм**³** подогретой до температуры 70 – 80 °С дистиллированной воды, содержащей вспомогательное вещество ОП-7, и раствор выливают в ту же стеклянную бутыль вместимостью 10 дм**³**.

3.2.1.4. При отсутствии компонентов для приготовления раствора по пп. 3.2.1.2 – 3.2.1.3 его готовят следующим образом: 3,6 г смеси эмульгатора синтанола ДС-6 и пеногасителя пропинола Б-400 из потребительской тары (синтанола ДС-6 3 г, пропинола Б-400 0,6 г) помещают в стаканчик с объемом дистиллированной воды от 25 до 30 см**³**, прокипяченной в течении 15 мин и охлажденной до температуры (6 + 2) °С. Для полного растворения реактивов смесь тщательно перемешивают. Раствор из стаканчика полностью переносят в колбу вместимостью 3 дм**³** и добавляют 2 дм**³** дистиллированной воды, прокипяченной в течении 15 мин и охлажденной до температуры (6 + 2) °С. Раствор перемешивают до полного растворения компонентов и выливают в бутыль вместимостью 10 дм**³**, в которой растворены трилон Б и гидроокись натрия.

3.2.1.5. Объем раствора в бутыли доводят до 10 дм**³**, охлажденной до температуры (20 + 2) °С, прокипяченной в течении 15 мин дистиллированной водой. Универсальной индикаторной бумагой проверяют pH раствора, которая должна быть в пределах 9,5 – 10,0. Если pH раствора не входит в указанные пределы, то при приготовлении раствора допущена ошибка и следует приготовить новый раствор.

Раствор следует использовать не ранее чем через 24 ч после приготовления. Раствор хранят в темном месте в плотно закрытой бутыли не более 4 недель при температуре не выше 25 °С.

3.3. Проведение испытаний

3.3.1. Перед началом испытания прибор включают в сеть за 1 ч до работы.

3.3.2. После всасывания растворителя устанавливают на отсчетном устройстве прибора показания от 0 до 0,05 %.

3.3.3. Подготовленная для испытания нагретая до (40 + 2) °С проба молока поступает в смеситель, где смешивается с растворителем. Затем смесь гомогенизируется и подается в фотометрическую кювету. Прошедшее через слой смеси излучение фотометрируется. Отсчет массовой доли жира ведется по шкале прибора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Отсчет показаний проводят по шкале или цифровому индикатору с дискретностью отсчета не более 0,01 % массовой доли жира.

3.4.2. Необходимо проводить два измерения массовой доли жира в одной и той же пробе молока. Если показания различаются на величину не более 0,05 %, то за окончательный результат принимается среднее арифметическое двух измерений, округленное до 0,01 %. В случае, если расхождение между показаниями более чем ),05 %, то проводится третье измерение. За окончательный результат принимается среднее арифметическое двух измерений, отличающихся не более чем на 0,05 % (10).

* ГОСТ 8218-89 Молоко. Метод определения чистоты

Метод основан на определении механической примеси из дозированной пробы молока путем процеживания через фильтр и визуального сравнения наличия механической примеси на фильтре с образцом сравнения.

**1. Отбор проб**

Отбор проб и подготовку их для анализа проводят по ГОСТ 13928.

**2. Проведение анализа**

2.1. Фильтр вставляют в прибор для определения чистоты молока гладкой поверхностью кверху.

Из объединенной пробы отбирают 250 см**³** хорошо перемешанного молока, которое подогревают до температуры 35 + 5 °С и выливают в сосуд прибора.

2.2. По окончании фильтрования фильтр вынимают и помещают на лист пергаментной или другой непромокаемой бумаги.

**3. Оценка результатов**

В зависимости от количества механической примеси на фильтре молоко подразделяют на три группы чистоты путем сравнивания фильтра с образцом, который представлен в табл.4.3 (11).

Таблица 4.3

Образец сравнения для определения группы чистоты молока

(при фильтровании пробы объемом 250 см**³**)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Группа чистоты | Образец сравнения | характеристика |
| 1 | 2 | 3 |
| Первая |  | На фильтре отсутствуют частицы механической примеси. Допускается для сырого молока наличие на фильтре не более двух частиц механической примеси |
| Вторая |  | На фильтре имеются отдельные частицы механической примеси (до 13 частиц) |
| Третья |  | На фильтре заметный осадок частиц механической примеси (волоски, частицы корма, песка) |

**II. СЛИВКИ ИЗ КОРОВЬЕГО МОЛОКА (ТУ 10.02.867-90):**

* **ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу**

Метод отбора проб для сливок аналогичен методу отбора проб для молока и описан в п. 4.1.1 (7).

* ТУ 10.02.867-90 Сливки из коровьего молока

В данных технологических условиях описаны органолептические показатели сливок, которые приведены в п. 2 данной курсовой работы.

* ГОСТ 5867 – 90 (СТ СЭВ 3838 –82) Молоко и молочные продукты. Методы определения жира

**1. Метод отбора проб**

Отбор проб молока и молочных продуктов и подготовка их к анализу – по ГОСТ 13928.

**2. КИСЛОТНЫЙ МЕТОД**

Метод основан на выделении жира из молока и молочных продуктов под действием концентрированной серной кислоты и изоамилового спирта с последующим центрифугированием и измерении объема выделившегося жира в градуированной части жиромера.

* 1. Проведение измерений

2.1.1. *Сливки*

Определение жира проводят в соответствии с пп. 2.2.1.1 – 2.2.1.6. в п.4.1.4., требованиями, указанными в табл. 4.4., и со следующими дополнительными условиями:

последовательность операций при заполнении жиромера – отвешивание продукта в жиромер с отсчетом до 0,005 г, добавление воды (при необходимости), серной кислоты и изоамилового спирта;

серную кислоту в жиромер добавляют осторожно, слегка наклонив жиромер;

при определении жира в сливках подогревание жиромеров с исследуемой смесью перед центрифугированием проводят в водяной бане при частом встряхивании до полного растворения белка;

при определении жира в сливках уровень смеси в жиромере устанавливают на 4 – 5 мм ниже основания горловины жиромера (10).

Таблица 4.4

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Наименование продукта | Тип жиромера | Объем, масса образца для анализа | Объем добавленной воды, см**³** | Плотность серной кислоты, см/м**³** | Объем серной кислоты, см**³** | Количество центрифугирования | Сходимость, % массовой доли жира, не более |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Сливки негомогенизированные с массовой долей жира не более 40 % | 1 - 40 | 5,00 г | 5 | От 1810 до 1820 | 10 | 1 | 0,5 |
| Сливки негомогенизированные с массовой долей жира более 40 % | 1 - 40 | 2,50 г | 7,5 | От 1810 до 1820 | 10 | 1 | 1,0 |
| Сливки гомоге - низированные | 1 - 40 | 5,00 г | 5 | От 1810 до 1820 | 10 | 3 | 0,5 |

* ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности

Данный метод описан в п.4.1.3. подпунктах 2 и 3 (9).

* ГОСТ 25228-82 Молоко и сливки. Метод определения термоустойчивости по алкогольной пробе

Настоящий стандарт распространяется на молоко и сливки с массовой долей жира не более 40 % и устанавливает метод определения термоустойчивости по алкогольной пробе.

Метод основан на воздействии этилового спирта на белки молока и сливок, которые полностью или частично денатурируются при смеши­вании равных объемов молока или сливок со спиртом.

**1. Метод отбора проб**

1.1. Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 13928—84.

**2. Подготовка к испытанию**

2.1. Подготовка молока и сливок

Молоко для определения термоустойчивости по алкогольной пробе исследуют при температуре (20 ± 2) °С.

Пробу сливок перед проведением алкогольной пробы подогревают 11 стакане на водяной бане до температуры в пределах (43+2) °С, пере­мешивают и охлаждают до температуры (20+2) °С.

2.2. Приготовление водного раствора эти­лового спирта

Термоустойчивость молока и сливок по алкогольной пробе определяют при помощи водного раствора этилового спирта с объемной долей этилового спирта 68, 70, 72, 75 и 80 %.

Водный раствор этилового спирта готовят в соответствии с требованиями табл. 4.5.

# Таблица 4.5

Объемы этилового спирта и воды при температуре 20°С для получения 1 дм**³** водно-спиртового раствора (с учетом сжатия раствора в процессе приготовления)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Объемная доля этилового спирта в полученном растворе, % | Объемы этилового спирта и воды при различной объемной доле спирта в исходном растворе, см**³** | | | | | | | | | |
| 98 | | 97 | | 96 | | 95 | | 94 | |
| спирт | вода | спирт | вода | спирт | вода | спирт | вода | спирт | вода |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 68  69 | 694  704 | 336  326 | 701  711 | 328  317 | 708  719 | 319  308 | 716  726 | 310  299 | 723  734 | 302  290 |

Окончание табл.4.5

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 70  71  72  73  74  75  76  77  78  79  80  81  82 | 714  724  735  745  755  765  776  786  796  806  816  827  837 | 315  304  294  283  273  261  251  240  230  218  207  196  186 | 722  732  742  753  763  773  784  794  804  814  825  835  845 | 306  295  985  274  263  252  241  230  219  208  197  186  175 | 729  740  750  760  771  781  792  802  812  823  833  844  854 | 297  287  275  265  253  242  231  220  209  198  187  176  164 | 737  747  758  768  779  789  800  811  821  832  842  853  863 | 288  277  266  255  244  233  221  210  199  187  176  165  154 | 745  755  766  777  787  798  809  819  830  840  851  862  872 | 279  268  257  245  234  223  212  200  189  177  166  154  143 |

После приготовления водного раствора спирта необходимо проверить его плотность или объемную долю спирта ареометрами.

Плотность используемых для алкогольной пробы водно-спиртовых растворов, кг/м**³** при (20,0 + 0,1)°С должна быть равна:

890,4 для 68 %-ной объемной доли спирта;

885,5 для 70 %-ной объемной доли спирта;

880,5 для 72 %-ной объемной доли спирта;

872,8 для 75 %-ной объемной доли спирта;

859,3 для 80 %-ной объемной доли спирта.

Результаты измерения плотности или объемной доли водно-спиртового раствора не должны отличаться от заданной величины более, чем на половину деления шкалы ареометра или 0,25 %-ной объемной доли спирта.

**3. Проведение испытаний**

3.1. В чистую сухую чашку Петри наливают 2 см**³** исследуемого молока или сливок, приливают 2 см**³** этилового спирта требуемой объемной доли, круговыми движениями смесь тщательно перемешивают. Спустя (2 + 0,1) мин, наблюдают за изменением консистенции анализируемых молока и сливок.

**4. Обработка результатов**

4.1. Если на дне чашки Петри при стекании анализируемых смесей молока или сливок со спиртом не появились хлопья, считается, что они выдержали алкогольную пробу.

4.2. В зависимости от того, какой раствор этилового спирта не вызвал осаждения хлопьев в испытуемых молоке и сливках, их подразделяют на группы, указанные в табл. 4.6 (12).

## Таблица 4.6

|  |  |
| --- | --- |
| Группа | Объемная доля этилового спирта, % |
| 1 | 2 |
| I  II | 80  75 |

Окончание табл.4.6

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | 2 | |
| III  IV V | | 72  70  68 |

**III. МАСЛО КОРОВЬЕ (ВОЛОГОДСКОЕ) (ГОСТ 37-91):**

* **ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию**

**1. Метод отбора проб коровьего масла**

* 1. Точечные пробы от масла в транспортной таре, включенного в выборку, отбирают щупом. При упаковывании масла в бочки щуп погружают наклонно от края бочки к центру, при упаковывании масла в ящики, щуп погружают по диагонали от торцовой стенки к центру монолита масла.
  2. Пробу масла при температуре ниже 10 °С отбирают щупом, нагретым в воде температурой (38 + 2) °С.
  3. Для составления объединенной пробы от нижней части столбика масла, взятого щупом из каждой единицы транспортной тары с продукцией, отбирают ножом точечную пробу масла массой около 50 г и помещают в посуду для составления объединенной пробы. Оставшуюся на щупе верхнюю часть столбика масла длиной 1,50 см возвращают на прежнее место и аккуратно заравнивают поверхность масла.
  4. От масла в потребительской таре, включенного в выборку, точечную пробу массой около 50 г отбирают ножом от каждого брикета масла, предварительно сняв упаковку и наружный слой продукта толщиной от 0,50 до 0,70 см. точечные пробы помещают в посуду для составления объединенной пробы.
  5. От масла в брикетах массой 50 г и менее объединенную пробу составляют из целых брикетов масла, предварительно удалив с них упаковку (13).
* ГОСТ 37-91 Масло коровье

В данном ГОСТе приведены органолептические показатели, описанные в п. 2 данной работы.

* ГОСТ 5867 – 90 (СТ СЭВ 3838 –82) Молоко и молочные продукты. Методы определения жира

1. **Метод отбора проб**

Отбор проб молока и молочных продуктов и подготовка их к анализу – по ГОСТ 26809.

1. **Кислотный метод**

Метод основан на выделении жира из молока и молочных продуктов под действием концентрированной серной кислоты и изоамилового спирта с последующим центрифугированием и измерении объема выделившегося жира в градуированной части жиромера.

* 1. Проведение измерений

2.2.3. *Масло без наполнителей*

Массовую долю жира в масле находят расчетным путем по следующей формуле:

Х = 100 – (В + С),

где Х – массовая доля жира в масле без наполнителей всех видов, кроме соленого, %;

В - массовая доля влаги в масле, определенная по разд. 2 ГОСТ 3626 (производственный метод), %;

С - массовая доля обезжиренного сухого вещества в масле, определенная по ГОСТ 3626, %.

Предел допускаемой погрешности, % массовой доли жира: для масла сливочного без наполнителей (производственный метод), кроме соленого масла при расчетном методе составляет + 1,0 (10).

* **ГОСТ 3626-73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества**

Сущность методов определения массовой доли влаги и сухого вещества в молоке и молочных продуктах основан на высушивании навески исследуемого продукта при постоянной температуре.

1. **Отбор проб**

1.1.Отбор проб молока, молочных продуктов и подготовку их к испытаниям производят по ГОСТ 26809-86.

**2а. Метод определения влаги в сливочном масле высушиванием навески при температуре (102** + **2)** °**С**

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

2а.1. Подготовка к анализу

2а.1.1. Песок просеивают через сито с диаметром отверстий 1,5 мм, затем через сито с диаметром 1,0 мм. Берут ту часть, которая осталась на втором сите, промывают питьевой водой, после чего кипятят 30 мин с 25 %-ным раствором соляной кислоты, промывают питьевой, затем дистиллированной водой (или водой аналогичного качества) до отрицательной реакции на хлориды, после чего просушивают на воздухе и прокаливают в муфельной печи или на электрической плитке (500 + 25) °С.

2а.1.2. Пробу нагревают до температуры не выше 30 °С, обеспечивающей гомогенное состояние при перемешивании механической мешалкой или вручную. Затем охлаждают до комнатной температуры (около 20 °С) при постоянном перемешивании.

2а.2. Проведение анализа

12 – 30 г песка помещают в чашку. Чашку с песком и стеклянной палочкой сушат в сушильном шкафу при температуре (102 + 2) °С в течении 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С) м взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

В чашку взвешивают от 5 до 10 г масла с погрешностью не более 0,001 г, тщательно перемешивают с песком. Ставят чашку в сушильный шкаф и сушат при температуре (102 + 2) °С не менее 2 ч.

Затем содержимое чашки охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С) и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение 1 ч до тех пор, пока разность между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,001 г.

Если после повторного высушивания масса увеличится, для расчета берут результаты предыдущего взвешивания.

2а.3. Обработка результатов

Массовую долю влаги в масле W, %, вычисляют по формуле

(m**1** – m**2**) \* 100

## W = ,

m**1** – m**0**

где m**0** – масса чашки с песком и стеклянной палочкой, г;

m**1** - масса чашки с песком и стеклянной палочкой и маслом до высушивания, г;

m**2** - масса чашки с песком и стеклянной палочкой и маслом после высушивания, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

1. **Метод определения влаги в масле без наполнителей**

2.1. Подготовка к анализу

В сухой алюминиевый стакан взвешивают 5 или 10 г исследуемого топленого или сливочного масла с погрешностью не более 0,01 г.

2.2. Проведение анализа

С помощью специального металлического держателя или щипцов алюминиевый стакан осторожно, особенно в начале, нагревают, поддерживая спокойное и равномерное кипение, не допуская вспенивание и разбрызгивание. Нагревание производят до прекращения отпотевания холодного зеркала или часового стекла, поддерживаемого над стаканом.

Признаком конечного периода испарения воды служит прекращение вспенивания и треска и появление легкого побурения. После высушивания стакан охлаждают на чистом, гладком металлическом листе и взвешивают.

2.3. Обработка результатов

### Массовую долю влаги W, %, вычисляют по формуле

(m – m**1**) \* 100

#### W = ,

m**0**

где m – масса алюминиевого стакана с навеской продукта до нагревания, г;

m**1** - масса алюминиевого стакана с навеской продукта после удаления влаги, г;

m**0** – навеска продукта, г.

Расхождение между параллельными определениями не должно быть более 0,2 % для сливочного масла. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

1. **Метод определения обезжиренного сухого вещества в масле без наполнителей**
   1. Проведение анализа

Массовую долю обезжиренного сухого вещества в масле определяют после определения в нем массовой доли влаги.

В алюминиевый стакан вкладывают стеклянную палочку и взвешивают. В стакан отвешивают 10 г исследуемого сливочного масла с погрешностью не более 0,01 г. Массовую долю влаги определяют по пп.2.2; 2.3.

Остаток в алюминиевом стакане после определения массовой доли влаги слабо нагревают до расплавления жира, приливают 50 см**³** бензина или этилового эфира, смесь тщательно перемешивают палочкой и оставляют в покое на 3 – 5 мин для осаждения осадка. Плавающие на поверхности бензина частицы, не осаждающиеся на дно, указывают на неполное выпаривание влаги. В этом случае определение должно быть повторено.

После отстаивания осадка бензино-жировой раствор осторожно сливают, не взмучивая осадка, оставляя в стакане 1 – 2 см**³** бензино-жирового раствора. Обработку осадка бензином повторяют три раза.

Остаток в стакане нагревают на слабом пламени спиртовки или на электроплитке до полного растворения бензина. Полное удаление бензина определяют по рассыпчатости остатка при перемешивании его стеклянной палочкой.

Стакан с содержимым охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

* 1. Обработка результатов

Массовую долю сухого обезжиренного вещества масла без наполнителей С**0**, %, вычисляют по формуле

(m**1** - m**0**) \* 100

C**0** = ,

m – m**0**

где m**0** – масса пустого стакана со стеклянной палочкой, г;

m – масса стакана со стеклянной палочкой и навеской масла, г;

m**1** – масса стакана с обезжиренным сухим веществом после удаления бензино-жирового раствора, г.

1. **Метод определения сухого обезжиренного остатка в сливочном масле высушиванием навески при температуре (102** + **2)** °**С**

Метод применяется при возникновении разногласия при оценке качества.

* 1. Подготовка к анализу

### Пробу нагревают до температуры не выше 30 °С, обеспечивающей гомогенное состояние при перемешивании механической мешалкой или вручную. Затем охлаждают до комнатной температуры (около 20 °С) при постоянном перемешивании.

### Проведение анализа

### Чашку и тигель высушивают при температуре (102 + 2) °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С), и взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г.

В охлажденную чашку отвешивают около 10 г пробы с погрешность не более 0,0001 г.

Осторожно нагревают чашку, растапливают масло, продолжают нагревание до тех пор, пока масло перестанет пениться, не допуская при этом перегрева.

Чашку с содержимым охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С).

Добавляют от 20 до 25 см**³** петролейного эфира и растворяют жир легким перемешиванием. Переливают раствор и осадок в тигель и фильтруют при помощи вакуумного насоса.

Отработку петролейным эфиром и переливание раствора и осадка в тигель повторяют пять раз. Чашку и тигель сушат в течение 2 ч при температуре (102 + 2) °С.

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течении 30 мин до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г.

Сушку, охлаждение и взвешивание повторяют через 30 мин до получения постоянной массы (изменение массы не должно превышать 0,001 г).

* 1. Обработка результатов

Массовую долю сухого обезжиренного остатка С, %, вычисляют по формуле

(m**2** –m**1**) + (m**4** – m**3**)

C = \* 100,

m

где m**1** – масса пустого тигля, г;

m**2** – масса тигля с осадком, г;

m**3** – масса пустой чашки, г;

m**4** – масса чашки с осадком, г;

m – масса навески масла, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 % (14).

* **ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности**

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты и устанавливает следующие титриметрические методы определения кислотности: потенциометрический, с применением индикатора фенолфталеина; метод определения предельной кислотности молока.

1. **Метод отбора проб**

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

# МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИКАТОРА ФЕНОЛФТАЛЕИНА

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

3.1. Подготовка к анализу

3.1.1. *Приготовление контрольных эталонов окраски для сливочного масла и его жировой фазы*

К 5 г масла, расплавленного, как указано в п. 3.1.6., добавляют 20 см**³** нейтрализованной смеси спирта и эфира и 1 см**³** раствора сернокислого кобальта. Смесь перемешивают.

3.1.2. *Приготовление контрольных эталонов окраски для плазмы сливочного масла*

К 10 см**³** плазмы, приготовленной как указано в п. 3.1.7., добавляют 20 см**³** воды. Полученной смесью 3 – 4 раза промывают пипетку и добавляют 1 см**³** раствора сернокислого кобальта. Смесь перемешивают.

3.1.3. *Приготовление смеси этилового спирта и диэтилового эфира*

Смесь этилового спирта и диэтилового эфира готовят непосредственно перед измерением кислотности сливочного масла или его жировой фазы следующим образом.

В колбу вместимостью 50 см**³** приливают по 10 см**³** спирта и эфира, 3 капли фенолфталеина и нейтрализуют смесь раствором щелочи до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течении 1 мин и соответствующего контрольному эталону окраски по п.3.1.2.

3.1.4. *Приготовление жировой фазы сливочного масла*

В сухой чистый стакан вместимостью 250 см**³** отвешивают около 150 г исследуемого масла. Стакан помещают в водяную баню или сушильный шкаф при температуре (50 + 5 °С) и выдерживают до полного расплавления и разделения масла на жир и плазму. Стакан вынимают из водяной бани (сушильного шкафа) и осторожно сливают верхний слой жира, фильтруя его через бумажный фильтр в колбу вместимостью 250 см**³**.

3.1.5. *Приготовление плазмы сливочного масла*

Оставшуюся в стакане плазму переносят в жиромер 2 – 0,5. Жиромер плотно закрывают пробкой, помещают в центрифугу и центрифугируют 5 мин с частотой вращения 1000 мин**ˉ¹**. Затем жиромер помещают в стакан с холодной водой градуированной частью вверх и выдерживают до застывания молочного жира, отделившегося от плазмы в процессе центрифугирования. Свободную от жира плазму осторожно выливают в сухой чистый стакан вместимостью 100 см**³** и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. *Масло сливочное, его жировая фаза, плазма*

3.2.1.1. *Определение кислотности сливочного масла*

В колбе вместимостью 50 и 100 см**³**отвешивают 5 г сливочного масла, нагревают колбу в водяной бане или сушильном шкафу при температуре (50 + 5 °С) до расплавления масла, вносят 20 см**³** нейтрализованной смеси спирта с эфиром, три капли фенолфталеина и титруют раствором щелочи при постоянном перемешивании до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин и соответствующего контрольному эталону окраски по п. 3.1.3.

3.2.1.2. *Определение кислотности жировой фазы сливочного масла*

В колбе вместимостью 50 и 100 см**³** взвешивают 5 г жира, подготовленного по п. 3.1.6. затем анализ проводят, как указано по п. 3.2.2.1.

3.2.1.3. *Определение кислотности плазмы сливочного масла*

В плоскодонную колбу вместимостью 100 см**³** приливают 10 см**³** плазмы, подготовленной по п. 3.1.7, 20 см**³** дистиллированной воды. Полученной смесью 3 – 4 раза промывают пипетку, затем прибавляют 3 капли фенолфталеина и титруют при постоянном перемешивании раствором щелочи до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течении 1 мин и соответствующего контрольному эталону окраски по п. 3.1.4.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Кислотность, в градусах Тернера (°Т), находят умножением объема, см**³**, раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в определенном объеме продукта на коэффициент 10 для молока, сливок и плазмы сливочного масла.

3.3.2. Кислотность сливочного масла и его жировой фазы в градусах Кеттстофера (°К) находят умножением на два объема раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в 5 г продукта.

3.3.3. Допускается погрешность результата анализа при принятой доверительной вероятности Р = 0,95, составляет:

+ 0,1 °К – для масла сливочного и его жировой фазы;

+ 0,5 °Т - для плазмы сливочного масла.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать:

0,1 °К – для масла сливочного и его жировой фазы;

0,6 °Т – для плазмы сливочного масла.

За окончательный результат принимается среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

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

0,1 °К – для масла сливочного и его жировой фазы;

0,5 °Т – для плазмы сливочного масла (9).

* **Методы определения токсичных элементов**

1. **4.3.5.1. ГОСТ 26929-86 Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов**

Настоящий стандарт распространяется на пищевое сырье и продукты и устанавливает способы сухой, мокрой минерализации и способ кислотной экстракции проб для последующего определения в них меди, свинца, кадмия, цинка, олова, железа, и мышьяка.

**1. СПОСОБ КИСЛОТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ (неполной минерализации)**

1.1. Способ основан на экстракции токсичных элементов из пробы продукта кипячением с разбавленными соляной или азотной кислотами и предназначен для растительного масел, маргарина, пищевых жиров и сыров.

1.2. Подготовка к экстракции

Стеклянную посуду, используемую для экстракции, после обычной мойки дополнительно промывают раствором азотной кислоты, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

1.3. Экстракция и подготовка экстрактов к анализу

1.3.1. *Экстракция проб продукта*

В колбу отбирают навеску сливочного масла:

при полярографическом методе 45…50 г для определения свинца, 45…50 г – для кадмия, 20…25 г – для цинка, 20…25 г для меди;

при колориметрическом методе 20…30 г для определения железа, 40…45 г - для меди, 40…45 г – для мышьяка.

Навеску взвешивают с погрешностью + 0,1 г.

В термостойкую колбу с навеской продукта вносят 40 см**³** раствора соляной кислоты (1:1).

**Примечание. Допускается вместо раствора соляной кислоты применять раствор азотной кислоты (1:2).**

В колбу добавляют несколько стеклянных шариков, вставляют в холодильник, помещают на электроплитку, покрытую асбестом, и кипятят в течение 1,5 ч с момента закипания. Затем содержимое колбы медленно охлаждают до комнатной температуры, не вынимая холодильника.

Колбу с экстракционной смесью сливочного масла с кислотой помещают в холодную водяную баню для затвердевания жира. Затвердевший жир прокалывают стеклянной палочкой, водный слой фильтруют через фильтр, смоченный раствором кислоты, используемой для экстракции, в сосуд, выбор которого определяется дальнейшим ходом анализа и зависит от определяемого элемента: реакционную колбу, колбу Къельдаля, кварцевую (фарфоровую) чашу. Оставшийся в колбе жир расплавляют на водяной бане, добавляют 10 см**3** раствора используемой кислоты, встряхивают, охлаждают, после охлаждения жир прокалывают и промывную жидкость сливают в тот же сосуд через тот же фильтр, затем фильтр промывают 5—7 см**3** воды.

1.3.2. *Подготовка экстрактов к определению мышьяка*

При использовании для экстракции раствора соляной кислоты экстракционную смесь, получаемую по п. 3.4.1, фильтруют сразу в реакционную колбу для отгонки мышьяковистого ангидрида.

При использовании для экстракции раствора азотной кислоты, экстракционную смесь, получаемую по п. 1.3.1, фильтруют в коническую колбу, вносят 0,2 г сернокислого гидразина и кипятят содержимое колбы в течение 1,5-2 ч. Затем раствор количественно переносят в реакционную колбу для отгонки мышьяковистого ангидрида, смывая колбу порциями водой.

1.3.3. *Подготовка экстрактов к колориметрическому определению меди и железа*

Экстракционную смесь, полученную по п. 1.3.1, фильтруют в колбе Къельдаля. При использовании для экстракции раствора азотной кислоты содержимое колбы упаривают на электроплитке до объема 5-7 см3, колбу охлаждают, добавляют 1 см3 хлорной кислоты и кипятят до получения бесцветного или слабоокрашенного раствора.

При использовании для экстракции раствора соляной кислоты в колбу вносят 5 см**³** азотной кислоты, упаривают на электроплитке до объема 7 см**³**, колбу охлаждают, добавляют 4 см**3** азотной кислоты и 1 см**³** хлорной кислоты и кипятят для получения бесцветного или слабоокрашенного раствора.

Для удаления остатков кислот в охлажденную колбу добавляют 10 см**³** воды и кипятят 10 мин, затем охлаждают. Добавление воды и нагревание повторяют еще два раза. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см**³**. объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

1.3.4. *Подготовка экстрактов для полярографического определения меди, свинца, кадмия и цинка*

Экстракционную смесь, полученную по п. 1.3.1, фильтруют в кварцевую или фарфоровую чашу. Жидкость осторожно выпаривают на электроплитке. Затем чашу помещают в электропечь при температуре около 250°С и повышают температуру электропечи на 50 °С через каждые 30 мин и доводят ее до 450 °С. Продолжают минерализацию при этих условиях до получения серой золы (15).

1. **ГОСТ 26927 – 86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути**

Настоящий стандарт распространяется на сырье и пищевые продукты и устанавливает калориметрический и атомно-абсорбционный методы определения ртути.

## **1. Отбор и подготовка проб**

Отбор и подготовку проб к испытанию проводят по ГОСТ 26809-86.

## **2. КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

2.1. Метод основан на декструкции анализируемой пробы смесью азотной и серной кислот, осаждение ртути йодидом меди и последующем колориметрическом определении в виде тетрайодомеркуроата меди – путем сравнения со стандартной шкалой.

2.2.Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление йодида меди (взвесь)*. Для получения 1 дм**³** взвеси 212 г йодистого калия растворяют в 2 дм**³** воды, смешивают с 800 см**³** раствора сульфата меди концентрации 200 г/дм**³** в стеклянной банке вместимостью не менее 5 дм**³** и оставляют до полного осаждения осадка (от 30 до 50 мин). С образовавшегося осадка декантируют жидкость. Осадок многократно промывают водой (по 2 – 3 дм**³)** до светло-желтого цвета надосадочной жидкости. Для удаления розового оттенка осадок отбеливают. Для этого сосуд со взвесью добавляют сначала от 10 до 20 см**³** раствора сернистокислого натрия концентрацией 1,25 моль/дм**³**, а затем – насыщенный раствор сернокислого натрия от 10 до 20 см**³** для коагуляции осадка. Если взвесь отбелена недостаточно и плохо осаждается, добавление растворов следует повторить. Надосадочную жидкость сливают декантацией, а осадок переносят на двойной фильтр, сделанный из лабораторной фильтровальной бумаги и плотно уложенный в воронку диаметром 250 мм, и промывают на фильтре водой до почти отрицательной реакции на сульфат-ион (проба фильтрата с раствором хлористого бария не должна давать осадка). Фильтр прокалывают стеклянной палочкой, осадок смывают водой в мерную колбу и доводят объем до 1 дм**³**.

Взвесь считается правильно приготовленной, если она белого цвета и оседает в течение 15 – 20 мин. Хранят взвесь в темной склянке не более 1 мес.

2.2.2. *Приготовление основного раствора ртути*. 0,135 г двухлористой ртути (или 0,226 г двуйодистой ртути) количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм**³** и доводят до метки при постоянном перемешивании раствором йода 2,5 г/дм**³**.

Аналогично готовят основной раствор ртути из стандарт-титра. Вскрывают стандарт-титр, содержащий 0,135 г двухлористой (или 0,226 г двуйодистой) ртути и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм**³**, доводят до метки раствором йода 2,5 г/дм**³**. Полученный раствор содержит 100 мкг ртути в 1 см**³**. Хранится в склянке с притертой пробкой в защищенном от света месте в течение 3 мес.

2.2.3. *Приготовление стандартного раствора ртути.* Непосредственно перед определением ртути 1 см**³** основного раствора ртути помещают в мерную колбу вместимостью 100 см**³** и доводят до метки при постоянном перемешивании раствором йода 2,5 г/дм**³**. Полученный раствор содержит 1 мкг ртути в 1 см**³**.

2.2.4. *Приготовление составного раствора сернокислой меди и сернистокислого натрия.* Раствор готовят смешиванием раствора сернокислой меди 100 г/дм**³** и раствора сернистокислого натрия 1,25 моль/дм**³** (1:5). Смесь перемешивают в конической колбе вместимостью 100 см**³** до получения прозрачного раствора и используется немедленно. При появлении мути раствором пользоваться нельзя.

2.2.5. *Подготовка пробы к деструкции.* 200 – 250 г исследуемого продукта тщательно измельчаем и перемешивают. Величина навески пробы для испытания зависит от вида продукта (для молока и молочных продуктов смотри в табл.1).

Параллельно ставят контроль на реактивы, учитывая его при расчете конечного результата.

2.2.6. *Деструкция “закрытым” способом* (для анализа творога и творожных изделий, сливочного масла, сычужных и плавленых сыров, маргарина, растительных масел, жировых продуктов).

Деструкцию “закрытым” способом проводят в специальном аппарате, который состоит из двугорлой круглодонной колбы, холодильника и капельной воронки, соединенных посредством шлифов.

В реакционную колбу аппарата для деструкции помещают исследуемую пробу, добавляют реактивы, количество которых указанно в табл. 4.7, и соединяют с обратным холодильником. Колбу выдерживают 15 – 20 мин при комнатной температуре, а затем помещают на водяную баню температурой около 70 °С, постепенно доводят ее до кипения. Время нахождения колбы на бане зависит от вида продукта. В случае бурного течения реакции (заполнение реакционной колбы и холодильника бурыми парами окислов азота) через боковую капельную воронку или холодильник в колбу добавляют порциями по 5 – 10 см**³** кипящей воды так, чтобы общее количество приливаемой воды не превышало 30 – 50 см**³**. Деструкцию проводят до полного осветления придонного слоя. По окончании деструкции аппарат снимают с бани и охлаждают в течение 15 мин, а затем промывают 50 см**³** горячей водой через холодильник. Колбу отсоединяют от холодильника. Содержимое фильтруют в коническую колбу объемом 500 см**³** с 20 см**³** раствора мочевины через увлажненный водой двойной бумажный фильтр, уложенный в воронку диаметром 100 – 150 мм. Реакционную колбу и фильтр несколько раз промывают кипящей водой. Общий объем фильтрата и промывных вод должен составлять около 300 см**³**.

2.2.7. *Деструкция “открытым” способом* (для всех видов продуктов). Деструкцию “открытым” способом проводят в термостойкой конической колбе вместимостью 750 см**³**. Пробу равномерно распределяют по дну колбы, добавляют реактивы, количество которых указано в табл.1.

В колбу с пробой вносят последовательно этиловый спирт, воду и азотную кислоту. Колбу закрывают воронкой диаметром 25мм, содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в зависимости от вида продукта от 20 до 30 мин или оставляют на ночь (зерно, кондитерские изделия). Серную кислоту наливают в стакан вместимостью 50 см**³** и осторожно по каплям добавляют в колбу с пробкой через воронку. Скорость внесения серной кислоты должна постоянно поддерживать реакцию разложения азотной кислоты, но чтобы не происходило выделение окислов азота из колбы, так как при бурном течении реакции возможны потери ртути. По окончании внесения серной кислоты колбу оставляют в вытяжном шкафу при комнатной температуре до прекращения выделения бурых паров окислов азота, но не более, чем на 30 мин. Затем колбу помещают на водяную баню. В первые 15 мин нахождения колбы на водяной бане возможно бурное разложение азотной кислоты с большим выделением окислов азота. В это время необходимо особенно внимательно следить за ходом реакции. При бурном течении реакции (выделение окислов азота или сильное пенообразование) в колбу добавляют порциями по 5 – 10 см**³** кипящей воды так, чтобы общее количество прибавляемой воды составило 30 – 50 см**³**, или снимают на 3 – 5 мин с бани.

Деструкцию проводят до полного просветления придонного слоя жидкости в колбе, но не менее 45 мин. Колбу снимают с бани и горячий деструктат фильтруют в колбу вместимостью 500 см**³**, в которую предварительно наливают 20 см**³** раствора мочевины, через увлажненный водой двойной бумажный фильтр, уложенный в воронку 100 – 150 мм. Колбу из под деструктата и фильтр несколько раз промывают кипящей водой. При деструкции кондитерских изделий фильтр промывают холодной водой. Общий объем деструктата и промывных вод доводят приблизительно до 300 см**³**.

2.4. Проведение испытаний

В колбу с охлажденным деструктатом, приготовленным по п.п. 2.2.6 или 2.2.7, добавляют 15 см**³** взвеси йодида меди. Содержимое колбы перемешивают три раза с интервалом 5 мин и оставляют до полного осаждения осадка. Если образующийся осадок окрашен в ярко-розовый или кирпично-красный цвет, что свидетельствует о содержании ртути в образце более 25 мкг, добавляют еще 15 см**³** йодида меди или анализ повторяют, уменьшив навеску образца, соответственно уменьшают и количество реактивов для деструкции.

Через 1 час максимально возможную часть надосадочной жидкости сливают, стараясь не взмутить осадок, и отбрасывают. К осадку добавляют 15 см**³** 10 г/дм**³** раствора сернокислого натрия, взбалтывают и переносят на увлажненный водой однослойный бумажный фильтр (синяя лента), плотно уложенный в воронку диаметром не более 35 мм. Края фильтра должны выступать из воронки не более чем на 5 мм. Колбу из-под осадка несколько раз ополаскивают 10 г/дм**³** раствором сернокислого натрия и сливают на тот же фильтр с тем, чтобы весь осадок был перенесен на фильтр.

Когда вся жидкость профильтруется, осадок на фильтре промывают 50 см**³** смеси ацетона с раствором сернокислого натрия концентрации 10 г/дм**³** в соотношении 1:1. По прохождении смеси через фильтр осадок и фильтр вновь промывают раствором сернокислого натрия концентрации 10 г/дм**³**. Отмывание осадка проводят до исчезновения желтой окраски промывных вод и до pH не менее 5 (по универсальной индикаторной бумаге). Промывные воды отбрасывают. Полоской фильтровальной бумаги удаляют остаток жидкости из узкой части воронки и осадок подсушивают на фильтре в течение 15 мин.

Таблица 4.7

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Операция и вид продукта | Величина навески, г | | Предварительная обработка навески или объема продукции перед деструкцией | | Добавление этилового спирта, см**³** | | Добавление воды, см**³** | | Добавление концентрированной азотной кислоты, см**³** | | | Выдерживание при комнатной температуре, мин | | Добавление концентрированной серной кислоты, см**³** | Выдерживание при комнатной температуре, мин | | Температура и время нагрева на водяной бане, °С | | Примечание | |
| 1 | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | | 6 | | | 7 | | 8 | 9 | | 10 | | 11 | |
| Деструкция “закрытым” способом | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Контроль на реактивы | - | | - | | - | | 15,0 | | 15,0 | | | - | | 15,0 | 15 | | 70°С – 15 мин  100°С – 90 мин | | Количество реактивов в контроле должно быть таким, как и в исследуемом продукте | |
| Сливочное масло | 40,0 | | 10,0 см**³** надсернокислого калия, перемешивают | | - | | - | | 15,0 порциями по 2 – 3 см**³** | | | - | | 15,0 через капельную воронку | 20 | | 70°С – 15 мин  100°С – 90 мин до полного осветления придонного слоя | | После добавления порции кислоты пробу перемешивают | |
| Деструкция “открытым” способом | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Контроль на реактивы | | - | | - | | 1,0 | | 15,0 | | 15,0 порциями по 2 – 3 см**³** | 20 | | 20,0 по каплям | | | До полного прекращения выделения окислов азота | | 100°С – 45 мин | | Количество реактивов должно быть таким же, как в исследуемом продукте |

### Окончание табл. 4.7.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | | 3 | 4 | 5 | 6 | | 7 | | 8 | 9 | | 10 | 11 | |
| Сливочное масло | | 40,0 | 10 см**³** раствора надсернокислого калия, перемешивают; масло подогревают до (40+2) °С | 1,0 | - | 15,0 порциями по 2 – 3 см**³** | 20 | | 15,0 | | | ” | 70°С – 15 мин  100°С – 60 мин | | При сильном пенообразовании колбу снимают с бани на 3 – 5 мин |

Затем его обрабатывают на фильтре 3,5 г/дм**³** раствора йода в зависимости от цвета осадка (см. табл. 2). Для этого необходимое количество раствора йода, указанное в табл. 2, отмеряют в цилиндр или пробирку и проводят обработку фильтра небольшими порциями, нанося жидкость по краю фильтра. Полученный фильтрат доводят до выбранного объема. Фильтрат можно хранить в пробирках с притертыми пробками в темном месте в течении суток. Ориентировочная схема проведения анализа представлена в табл. 4.8.

Таблица 4.8

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Цвет осадка | Примерное содержание ртути в образце | Объем 3,5 г/дм**³** раствора йода для растворения ртути, см**³** | Аликвотный объем, взятый для колориметрирования, см**³** |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| Белый  Белый  Белый с розовым оттенком  Бледно-розовый  Ярко-розовый | 0,0 – 0,5  0,5 – 5,0  5,0 – 15,0  15,0 – 25,0  Более 25,0 | 6,0  10,0  15,0  25,0  25,0 | 6,0  3,0 и 6,0  0,5; 1,0 или 2,0  0,5; 1,0 или 2,0  0,5 и 1,0 |

2.3.1. *Приготовление градуировочной шкалы*

в мерные пробирки для колориметрирования вносят точные объемы стандартного раствора ртути и раствора йода, указанные в табл. 3. Затем добавляют из бюретки по 3 см**³** составного раствора закрывают пробками, тщательно перемешивают. Выдерживают в защищенном от света месте (не менее 15 *мин*) до полного осаждения осадка тетрайодомеркуроата меди.

2.3.2. *Визуальное колориметрическое определение ртути*

Раствор по п. 2.3 или его аликвотный объем, подобранный в соответствии с табл. 4.9, помещают в пробирки, доводят объем до 6 см**³** раствором йода в количестве 2,5 г/дм**³**. Затем прибавляют из бюретки по 3 см**³** составного раствора, закрывают пробками, перемешивают и выдерживают в темном месте (не менее 15 мин) до полного осаждения тетрайодомеркуроата меди.

Колориметрическое определение ртути проводят путем визуального сравнения цвета осадка в пробирках с пробой с цветом осадка в пробирках градуировочной шкалы. Для этого пробирки располагают под углом 25 - 30° таким образом, чтобы осадок оставался на дне пробирки, а надосадочная жидкость переместилась к пробке.

Таблица 4.9

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Количество стандартного раствора ртути, см³ | Количество 2,5 г/дм³ раствора йода, см³ | Содержание ртути, мкг |
| 1 | 2 | 3 |
| 0,00  0,15  0,25  0,50  0,75  1,00  1,25  1,50  1,75  2,00 | 6,00  5,85  5,75  5,50  5,25  5,00  4,75  4,50  4,25  4,00 | 0,00  0,15  0,25  0,50  0,75  1,00  1,25  1,50  1,75  2,00 |

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю ртути (Х) в млнˉ¹ вычисляют по формуле

(m**2** – m**1**) \* V

Х = ,

V**1** \* m

где m**2** – массартути в аликвотном объеме, взятом для колориметрирования, определенная по градуировочной шкале, мкг;

m**1** – масса ртути в контрольном опыте, определенная по градуировочной шкале;

V – объем раствора йода 3,5 г/дм**³**, использованный для растворения ртути, см**³**;

V**1** – аликвотный объем, см**³**;

m – масса образца, взятая для деструкции, г.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака, при анализе молочных продуктов – до четвертого десятичного знака.

2.4.2. За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое значение (Х) результатов двух последних определений, исправленное на величину систематической составляющей погрешности измерений, которая составляет + 0,20 Х. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при Р = 0,95. Не должно превышать 30 % по отношению к среднему арифметическому значению. Окончательный результата округляется до второго десятичного знака.

2.4.3. Минимальная масса ртути составляет 0,15 мкг в колориметрируемом объеме пробы.

2.4.4. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли ртути одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,22 Х.

2.4.5.Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях при Р = 0,95, не должно превышать 60 % по отношению к среднему арифметическому значению (16).

1. **ГОСТ 26928 – 86 Продукты пищевые. Метод определения железа**

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и устанавливает колориметрический метод определения железа.

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином красного цвета.

1. **Метод отбора проб**
   1. Отбор и подготовка проб к испытанию проводится по ГОСТ 26809-86.
   2. Минерализация – по ГОСТ 26929 - 86
2. **Подготовка к испытанию**

2.1. Приготовление основного раствора железа с массовой концентрацией 1г/дм**³**

Раствор готовят по ГОСТ 4212 – 76.

2.2. Приготовление солянокислого раствора гидроксиламина гидрохлорида

10 г гидроксиламина гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 300 – 400 см**³** воды, добавляют 170 см**³** соляной кислоты и объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см**³**.

2.3. Приготовление раствора ортофенантролина

0,25 г ортофенантролина, взвешенного с погрешность не более 0,001 г, переносят с 20 – 30 см**³** воды в мерную колбу вместимостью 100 см**³**, добавляют 20 см**³** этилового спирта и после растворения ортофенантролина объем доводят водой до метки.

2.4. Подготовка пробы

2.4.1. Минерализацию пробы проводят по ГОСТ 26929 – 86.

2.4.2. Раствор минерализата, полученного кислотой минерализацией, используют для испытания без дополнительной обработки.

2.4.3. Золу, полученную сухой минерализацией, растворяют в 5 см**³** раствора соляной кислоты при нагревании на водяной бане, переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 50 см**³** и объем доводят водой до метки.

2.5. Приготовление раствора сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика

2.5.1. 10 см**³** основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см**³** и объем доводят до метки раствором серной кислоты 0,01 моль/дм**³**.

2.5.2. При испытании продуктов 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см**³** раствора, приготовленного по п. 2.5.1. (что соответствует 10, 20, 30, 40, 50, 60 и 80 мкг железа) вносят в мерные колбы вместимостью 50 см**³**, в каждую колбу добавляют 1 см**³** раствора гидроксиламина доводят pH до 4 – 6 по индикаторной бумаге с помощью раствора уксуснокислого натрия или аммония. Вносят 1 см**³** раствора ортофенантролина и объем доводят водой до метки. Перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм при светофильтре с λ**max** = (490 + 10) нм или на спектрофотометре при длине волны 510 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм.

Контрольный раствор готовят точно также как растворы сравнения, но без добавления раствора железа.

2.5.3. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массы железа в мкг, введенные в растворы сравнения, по оси ординат – соответствующие им значения оптической плотности.

1. **Проведение испытания**
   1. При испытании сливочного масла в мерную колбу вместимостью 50 см**³** вносят раствор минерализата в таком объеме, чтобы масса железа в колбе составила 20 – 80 мкг. Добавляют в колбу все те растворы, в той же последовательности, как указано в п. 2.5.2., и измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят аналогично контрольной пробе, приготовленной по ГОСТ 26929 – 86 со всеми реактивами, указанными выше в п. 2.5.2.
2. **Обработка результатов**

4.1. Массовую долю железа в продуктах (Х) в млн **¹** (мг/кг) вычисляют по формуле

m**1** \* V

Х = ,

V**1** \* m

Массовую концентрацию железа в продуктах (Х**1**), за исключением винодельческой продукции и пива, в мг/дм**³** вычисляют по формуле

m**1** \* V

Х**1** = ,

V**1** \* V**2**

где m**1** – масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

V – общий объем раствора минерализата, см**³;**

V**1** – объем раствора минерализата, взятый для определения, см**³;**

m – масса навески продукта, взятая для минерализации, г;

V**2** – объем продукта, взятый для минерализации, см**³.**

4.2. Вычисления производят до первого десятичного знака.

Окончательный результат округляют до целого числа.

4.3. За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов (Х) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20 % по отношению к среднему арифметическому при Р = 0,95.

4.4. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли железа любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов + 0,05 Х.

4.5. Минимальная масса железа, определяемая данным методом, составляет 10 мкг в колориметрируемом объеме.

4.6. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли железа одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,14 Х.

4.7. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 40 % по отношению к среднему арифметическому при Р = 0,95 (17).

1. **ГОСТ 26930-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка**

Настоящий стандарт распространяется на пищевое сырье и продукты и устанавливает колориметрический метод определения мышьяка.

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения мышьяка с диэтилдитиокарбаматом серебра в хлороформе.

**1.Метод отбора и подготовка проб**

* 1. Метод отбора проб и подготовка их к испытанию проводится в соответствии с ГОСТ 26809-86.

**2. Подготовка к испытанию**

2.1. Минерализация

2.1.1. Минерализацию проводят по ГОСТ 26929-86.

2.1.2. Контрольную пробу готовят, используя применяемые для минерализации реактивы, прибавляя их в тех же количествах, объемах и последовательности, что и при минерализации пробы, но без добавления испытуемой пробы.

2.2. Приготовление испытуемых и контрольного раствора

2.2.1. Золу, полученную сухой минерализацией, осторожно растворяют в 30 – 50 см**³** раствора соляной кислоты с концентрацией 0,3 моль/дм**³** и, избегая разбрызгивания, добавляют соляную кислоту плотностью 1,19 г/см**³** из расчета 4 см**³** кислоты на 1 г окиси магния, добавленной в пробу перед озолением. Если зола плохо растворяется, ее подогревают с соляной кислотой на водяной бане. Полученный раствор золы используют для последующего испытания.

Раствор, полученный в результате мокрой минерализации или кислотной экстракции, используют для проведения испытания без дополнительной обработки.

2.2.2. Контрольный раствор готовят из контрольной пробы, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемых растворов.

2.3. Подготовка прибора для отгонки и поглощения мышьяка

2.3.1. Прибор включает реакционную колбу, вместимостью 250 см**³**, соединительную трубку (внешний диаметр 4 мм) с расширением, шлифом и капилляром, цилиндр (внутренний диаметр 11 мм) с поглощающим раствором или поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой для поглощения раствора. Перед употреблением прибор промывают разбавленной азотной кислотой (1:1), а затем водой.

2.4. Приготовление ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом

2.4.1. Вату пропитывают раствором уксуснокислого свинца и высушивают при комнатной температуре. Вату хранят в эксикаторе не более 6 мес.

2.5. Приготовление диэтилдитиокарбамата серебра

2.5.1. Диэтилдитиокарбамат серебра готовят следующим образом. Раствор, содержащий 1,7 г нитрата серебра в 100 см**³** воды, медленно при перемешивании приливают к раствору, содержащему 2,3 г диэтилдитиокарбамата натрия в 100 см**³** воды. Температура растворов должна быть не более 10°С. образовавшийся лимонно-желтый осадок диэтилдитиокарбамата серебра отфильтровывают на воронке Бюхнера и тщательно промывают водой до исчезновения реакции на серебро с несколькими каплями 0,3 моль/дм**³** соляной кислоты. Осадок разрыхляют стеклянной палочкой и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием в темноте до постоянной массы при комнатной температуре. Сухое вещество хранится в темноте не более 6 мес.

2.6. Приготовление поглощающего раствора

2.6.1. Растворяют 0,2 г диэтилдитиокарбамата серебра в 100 см**³** хлороформа, в который предварительно добавлен 1,0 см**³** моноэтаноламина или 1,0 г уротропина.

Раствор с уротропином используют только для продуктов с массовой долей мышьяка более 1,0 мг/кг.

Для работы используют свежеприготовленный поглощающий раствор.

2.7. Приготовление основного раствора мышьяка

2.7.1. Основной раствор мышьяка готовят одним из способов:

вскрывают стандарт-титр или берут навеску 0,132 г мышьяковистого ангидрида (As**2**O**3**), растворяют в 15 см**³** 2 моль/дм**³** раствора гидроокиси натрия, затем нейтрализуют 1 моль/дм**³** (H**2**SO**4**) раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см**³** и доводят до метки водой. Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в 1 см**³**;

вскрывают стандарт-титр или берут навеску 0,4160 г двухзамещенного мышьяковистого натрия (Na**2**HAsO**4** **·** 7 H**2**O) и вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см**³** и доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в 1 см**³**.

Основной раствор хранят не более 1 года.

2.8. Приготовление рабочего раствора мышьяка

2.8.1. Непосредственно перед определением мышьяка 10 см**³** основного раствора мышьяка помещают в мерную колбу вместимостью 100 см**³** и доводят водой до метки. Полученный раствор содержит 10 мкг мышьяка в 1 см**³**.

2.9. Приготовление растворов сравнения и построение градуировочного графика

2.9.1. В шесть цилиндров или поглотительных приборов с пористой стеклянной пластинкой наливают по 10 см**³** поглощающего раствора. В трубки с расширением помещают слой ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом, затем 5 –6 гранул гидроокиси калия и закрывают отверстие слоем ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом.

2.9.2. В шесть реакционных колб вместимостью 250 см**³** вносят соответственно 0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см**³** рабочего раствора мышьяка, т. е. Соответственно 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 мкг мышьяка.

2.9.3. В каждую реакционную колбу приливают 25 см**³** соляной кислоты с плотностью 1,19 г/см**³**, 2,5 см**³** раствора йодистого калия, 1,5 см**³** раствора двухлористого олова и доводят водой до 100 см**³**, приливают 1 см**³** раствора сернокислой меди, тщательно перемешивают и выдерживают 10 – 15 мин. Затем в каждую реакционную колбу вносят 5 г гранулированного цинка, после чего быстро надевают на колбу соединительную трубку с капилляром, конец которого погружен в цилиндр с поглощающим раствором или поглотительным прибором с пористой стеклянной пластинкой, в которой налит поглощающий раствор. Отгоняют образовавшийся мышьяковистый водород в течение 60 мин. В случае помутнения поглощающего раствора его фильтруют через ватный тампон, помещенный в носик воронки.

2.9.4. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к поглощающему раствору на фотоэлектроколориметре с λ**max** = 520 + 10 нм в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм или спектрофотометре при длине волны 520 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 или 10 мм.

2.9.5. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массы мышьяка в мкг, введенные в растворы сравнения, по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности.

**3. Проведение испытания**

3.1. В реакционную колбу прибора вносят испытуемый раствор, подготовленный по п. 2.2.1. Далее испытания проводят согласно пп. 2.9.3, 2.9.4.

3.2. В реакционную колбу прибора вносят контрольный раствор, подготовленный по п. 2.2.2. Далее испытания проводят согласно пп. 2.9.3, 2.9.4.

3.3. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу мышьяка.

**4. Обработка результатов**

4.1. Массовую долю мышьяка (Х) в млн**ˉ¹**вычисляют по формуле

m**1** – m**2**

X = ,

m

Массовую концентрацию (Х**1**) в мг/дм**³** вычисляют по формуле

m**1** – m**2**

X**1** = ,

V

где m**1** – масса мышьяка в испытуемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг:

m**2** – масса мышьяка в контрольном растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m – масса навески продукта, взятая для минерализации, г;

V – объем продукта, взятый для минерализации, см**³**.

4.2. Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

4.3. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение (Х) результатов двух параллельных определений, исправленное на величину систематической составляющей погрешности измерений, которая составляет + 0,15 Х. Допустимое расхождение результатов двух параллельных определений при Р = 0,95 не должно превышать 25 % по отношению к среднему арифметическому значению. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

4.4. Минимальная масса мышьяка, определяемая данным методом в колориметрируемом объеме, составляет 2,5 мкг при использовании поглощающего раствора с моноэтаноламином и 5 мкг – с уротропином.

4.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли мышьяка одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой влияющих факторов составляет 0,18Х.

4.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 50 % по отношению к среднему арифметическому значению при Р = 0,95 (18).

1. **ГОСТ 26931-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения меди**

Настоящий стандарт распространяется на пищевые сырье и продукты и устанавливает полярографический и колориметрический методы определения меди.

Колориметрический метод с дибензилдитиокарбаматом цинка распространяется только на винодельческую продукцию.

**1. Метод отбора и подготовки проб**

* 1. Метод отбора и подготовки проб к испытанию проводится по ГОСТ 26809-86.

**2. Полярографический метод**

2.1. Сущность метода

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении меди полярографированием в режиме переменного тока.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Очистка инертного газа от кислорода*

При наличии примеси кислорода более 0,001 % газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из раствора пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

2.2.2. *Приготовление фоновых электролитов*

Для анализа молока и молочных продуктов используют фоновый электролит Г – раствор хлористого аммония ***С*** (NH**4**Cl) = 1 моль/дм**³** и аммиака ***С*** (NH**3**) = 1 моль/дм**³**; 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см**³**. В колбу добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 17 г аммиака. Необходимый объем раствора аммиака рассчитывают на основе измеренных ареометром показателей плотности (около 75 см**³**). Объем в колбе доводят водой до метки.

2.2.3. *Приготовление основного раствора меди*

Сернокислую медь дважды перекристаллизовывают и высушивают в эксикаторе до постоянной массы.

3,929 г сернокислой меди растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см**³**, добавляют 1 см**³** серной кислоты плотностью 1,84 г/ см**³** и доводят объем водой до метки.

Основной раствор хранят не более 1 года. Концентрация меди в основном растворе равна 1 мг/см**³**.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора меди. Разбавление проводят фоновым электролитом Г.

2.2.4. *Минерализация*

Минерализацию проб проводят сухим способом по ГОСТ 26929-86

2.2.5. *Приготовление контрольного раствора*

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество меди, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

2.2.6. *Приготовление испытуемого раствора*

При использовании фонового электролита Г при анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п. 2.2.4, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см**³** разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема 1 см**³** и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют в 4 см**³** раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм**³**, добавляют 4 см**³** раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 25 см**³**, смывая его несколько раз фоновым электролитом. Если появляется помутнение раствора, объем добавляемого лимоннокислого аммония следует увеличить до 5 см**³**. объем раствора в колбе доводят до метки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация меди в используемом растворе должна быть от 0,1 до 4 мкг/**³**. В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом.

2.3. Проведение испытания

Измерение проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см**³**.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,1 до минус 0,5 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

2.3.1. *Полярографирование при использовании фонового электролита Г*

В две конические колбы вместимостью 10 и 25 см**³** помещают по 8 см**³** контрольного или испытуемого раствора по п. 2.2.6. и 1 см**³** раствора сульфита натрия. В первую колбу добавляют 1 см**³** воды.

Раствор переносят в электролизер, предварительно промытый водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика меди.

Во вторую колбу вносят добавку – стандартный раствор меди в таком количестве, чтобы высота пика меди на полярограмме удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см**³**), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Далее поступают как с раствором без добавки.

При работе по пп. 2.2.6. и 2.3. необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (Х) в млн**ˉ¹** мкг/кг или массовую концентрацию (Х) в мг/дм**³** вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам

m**1** \* H**1** \* V**0** \* B

X = - m**k** : m,

(H**2** – H**1**) \* V**1**

m**1** \* H**1** \* V**0** \* B

X = - m**k** : V,

(H**2** – H**1**) \* V**1**

где m**1** – масса меди, добавляемая перед вторым полярографированием, мкг;

m – масса навески продукта, взятая для озоления, г;

m**k** – масса меди в контрольном растворе, мкг;

H**1** – высота пика меди, полученная при первом полярографировании, мм;

H**2** – высота пика меди, полученная при втором полярографировании, мм;

V**0** – общий объем раствора, приготовленного из озоленной навески, см**³**;

V**1** – объем испытуемого раствора, взятого для полярографирования, см**³**;

V – объем продукта, взятого для озоления, см**³**;

B – кратность дополнительного разведения при большой массовой доле меди в испытуемом растворе.

**3. Колориметрический метод с диэтилдитиокарбаматом натрия**

3.1. Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы и последующем измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия желтого цвета.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление основного раствора меди с концентрацией меди 1 мг/см****³***

Раствор готовят по п. 2.2.3.

3.2.2. *Приготовление смешанного раствора трилона Б и лимоннокислого аммония*

В мерную колбу вместимостью 500 см**³** помещают 100 г лимоннокислого аммония и 25 г трилона Б, взвешенных с погрешностью не более + 0,1 г, растворяют и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см**³**, добавляют 0,5 см**³** раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 50 см**³** растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронку интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Нижний слой сливают и отбрасывают. В делительную воронку вносят 50 см**³** растворителя, встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают и отбрасывают. Последнюю операцию повторяют до получения бесцветного нижнего слоя. Раствор хранят не боле 2-х месяцев.

3.2.3. *Минерализация*

3.2.3.1. минерализацию проводят по ГОСТ 26929-86.

3.2.3.2. Аналогично готовят контрольную пробу, используя применяемые для минерализации реактивы, прибавляя их в тех же объемах и последовательности, что и при минерализации пробы.

3.2.4. *Подготовка испытуемых растворов*

Золу, приготовленную сухой минерализацией по п.3.2.3, растворяют в 5 см**³** раствора соляной кислоты, нагревая на кипящей водяной бане.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, большем 40 мкг, раствор золы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см**³** и доводят объем раствора до метки с помощью дистиллированной воды.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, меньшем 40 мкг, раствор золы используют для последующего испытания без дополнительного разведения.

Раствор, полученный в результате мокрой минерализации или кислотной экстракции, используют для проведения испытания без дополнительной обработки.

3.2.5. *Приготовление раствора сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика*

3.2.5.1. В 1 см**³** основного раствора меди, приготовленного по п.2.2.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см**³**, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят перед использованием.

3.2.5.2. В делительные воронки вместимостью 250 см**³** помещают 0,5; 1; 2; 3 и 4 см**³** раствора, приготовленного по п.3.2.5.1, т. е. Соответственно 5, 10, 20, 30 и 40 мкг меди.

3.2.5.3. В каждую делительную воронку помещают 10 см**³** смешанного растворалимоннокислого аммония и трилона Б, две капли раствора фенолфталеина, раствор перемешивают, нейтрализуют, добавляя по каплям раствор аммиака до появления окраски, охлаждают и добавляют дистиллированную воду до объема около 100 см**³**. Затем в делительные воронки вводят 2 см**³** раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 15 см**³** растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см**³**. В делительные воронки помещают 10 см**³** растворителя, встряхивают в течении 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают в ту же мерную колбу. В случае необходимости объем раствора в колбе доводят до метки с помощью растворителя и перемешивают.

3.2.5.4. Контрольный раствор готовят аналогично без введения раствора меди.

3.2.5.5. Содержимое колб с растворами сравнения и контрольным раствором фильтруют через сухой бумажный фильтр в кюветы. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектрическом колориметре с применением светофильтра с λ**max** = (440 + 5) нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм или на спектрофотометре при длине волны 440 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 10 мм.

3.2.5.6. Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массы меди в мкг, введенные в растворы сравнения, на оси ординат – соответствующие им значения оптической плотности.

**Примечание. При подготовке растворов по пп. 3.2.5.1 – 3.2.5.3 необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками. Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика повторяют при смене партии диэтилдитиокарбамата натрия, лимоннокислого аммония или трилона Б.**

3.3. Проведение испытаний

3.3.1. Для испытания растворов по п.3.2.4. с ожидаемым содержанием в них меди, большим 40 мкг, в делительную воронку вместимостью 250 см**³** помещают аликвотный объем испытуемого раствора, содержащий от 10 до 40 мкг меди.

Для испытания растворов по п.3.2.4. с ожидаемым содержанием в них меди, меньшим 40 мкг, содержимое колбы Къельдаля или чашки с раствором золы количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 см**³** с помощью дистиллированной воды.

Далее согласно п. 3.2.5.3.

* + 1. Контрольный раствор готовят аналогично из контрольной пробы по п.3.2.3.2.
    2. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, как указанно в п.3.2.5.5.
    3. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу меди.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (Х**1**) в млн**ˉ¹** (мг/кг) или массовую концентрацию (Х**2**) в мг/дм**³** при испытании растворов по п.3.2.4 с использованием аликвотного объема вычисляют по формулам

m**1** \* 50 m**1** \* 50

X**1** = , X**2** = ,

V**1** \* m V**1** \* V

где m**1** – масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

50 – общий объем минерализата, см**³**;

V**1** – аликвотный объем минерализата, см**³**;

m – масса навески продукта, взятой для минерализации, г;

V – объем продукта, взятый для минерализации, см**³**.

Массовую долю меди (Х**3**) в млн**ˉ¹** (мг/кг) или массовую концентрацию (Х**4**) в мг/дм**³** при испытании с использованием всей минерализованной пробы вычисляют по формулам

m**1** m**1**

X**3** = , X**4** = ,

m V

где m**1** – масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

m – масса навески продукта, взятой для минерализации, г;

V – объем продукта, взятый для минерализации, см**³.**

**4. Обработка результатов**

4.1. Вычисления производят до второго десятичного знака.

4.2. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов (Х) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20 % по отношению к среднему арифметическому при Р = 0,95.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

4.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли меди любой пробы при допускаемых методикой изменениях, влияющих факторов составляет + 0,05 Х.

4.4. Минимальная масса меди, определяемая колориметрическими методами, составляет 5 мкг в колориметрируемом объеме.

Минимальная концентрация меди, определяемая полярографическим методом, составляет 0,1 мкг/см**³** полярографируемого раствора, приготовленного на фоновом электролите.

4.5. Полярографический метод, изложенный в п. 2, и колориметрический метод, изложенный в п. 3, не имеют между собой систематических различий (19).

1. **ГОСТ 26932-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца**

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении свинца полярографированием в режиме переменного тока.

**1. Метод отбора проб**

1.1. Метод отбора проб и подготовки их к использованию проводится по ГОСТ 26809-86.

**2. Подготовка к испытанию**

2.1. Дополнительная подготовка проб и минерализация продуктов путем озоления по ГОСТ 26929-86.

2.2. Проверка и подготовка лабораторной посуды

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой. Азотной кислотой плотностью 1,40 г/см**³**, несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона 0,01 г/дм**³**. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона 0,30 г/дм**³** и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона 0,01 г/дм**³**. Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

2.3. Очистка инертного газа от кислорода

При наличии примеси кислорода более 0,001 % газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

2.4. Очистка аммиака методом изотермической перегонки

На дне эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 см**³** водного аммиака по ГОСТ 3760-79, а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см**³** бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака концентрации от 130 до 150 г/дм**³**. Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

2.5. Приготовление фоновых электролитов

При анализе молочных продуктов используют фоновый электролит А – смешанный раствор ортофосфорной кислоты ***С*** (Н**3**РО**4**) = 1,3 моль/дм**³** и хлорной кислоты ***С*** (HСlO**4**) = 0,7 моль/дм**³**: смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоту и бидистиллированную воду в соотношении 3:2:5.

2.6. Приготовление основного раствора свинца

Свинец азотнокислый перекристаллизовывают и высушивают при (104 + 1)°С до постоянной массы. 1,599 г высушенной соли растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см**³**. В колбу добавляют 5 см**³** азотной кислоты плотностью 1,40 г/см**³** и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 1 года. Концентрация свинца в основном растворе равна 1 мг/**³**.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора свинца. При измерении концентрации свинца в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление проводят бидистиллированной водой.

2.7. Приготовление контрольного раствора

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество свинца, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

2.8. Приготовление испытуемого раствора

2.8.1. При анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п. 2.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 7 см**³** разбавленной азотной (1:2) кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 13 см**³** бидистиллированной воды и количественно переносят его в делительную воронку вместимостью 500 см**³**, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой. Добавляют 20 см**³** раствора лимоннокислого аммония, 1 см**³** раствора тимолового синего и доводят pH примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего.

Свинец экстрагируют дитизоном, экстракты промывают 50 см**³** бидистиллированной воды в делительной воронке и переносят в другую делительную воронку. Водный слой промывают 5 см**³** хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизоновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизоновыми экстрактами добавляют 30 см**³** 0,2 моль/дм**³** раствора соляной кислоты, встряхивают в течение 2 мин и оставляют до разделения слоев. Дитизоновый раствор в хлороформе отбрасывают.

Оставшийся в делительной воронке раствор соляной кислоты промывают 5 см**³** хлороформа. Хлороформ отбрасывают. Раствор фильтруют в тигель через обеззоленный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм**³**. Делительную воронку и фильтр смывают два раза бидистиллированной водой порциями по 10 см**³**. Промывные воды присоединяют к раствору соляной кислоты, выпаривают на электроплитке при слабом нагреве до объема около 1 см**³** и затем досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 10 см**³** фонового электролита А.

**3. Проведение испытания**

3.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5см**3**.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,4 до ми­нус 0,8 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соот­ветствии с инструкцией к полярографу.

3.1.1.Прямое полярографирование

Используют в тех случаях, когда массовая доля свинца в пробе обеспечивает получение четкого пика металла на полярограмме, а сос­тав элементов в золе не создает помех.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см**3** помещают по 4 см**3** контрольного или испытуемого раствора по пп. 2.7 или 2.8. В первую колбу добав­ляют 1 см**3** соответствующего фонового электролита или бидистилли­рованной воды (при работе с фоновым электролитом А) и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика свинца.

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор в таком количестве, чтобы высота пика свинца на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см**3**), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют фоновый электролит или бидистиллированную во­ду (при работе с фоновым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5 см**3**. Пропускают инертный газ, полярографиру­ют в тех же условиях и измеряют высоту пика свинца.

3.1.2. Полярографирование с предварительным внесением свинца в испытуемый раствор

Используют при анализе образцов с низкой массовой долей свинца или в тех случаях, когда на полярограмме вследствие помех из-за слож­ного элементарного состава золы наблюдается только нечеткий изгиб в области пика свинца.

Определение проводят следующим образом. В две конические кол­бы вместимостью 10 или 25 см**3** помещают по 4 см**3** контрольного или испытуемого раствора и добавляют минимальное количество свинца (0,2 - 0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на полярограмме четкого пика свинца. Далее поступают по п. 3.1.1.

**Примечание. При работе по пп. 2.8 и 3.1.1 - 3.1.2 необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками.**

**4. Обработка результатов**

4.1. Массовую долю свинца (Х) в млн**ˉ¹** (мг/кг) или массовую концентрацию (X) в мг/дм**3** вычисляют по высоте пиков, измерен­ных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соот­ветственно по формулам:

при прямой полярографировании

m**1** \* H**1** \* V**0**

X = - m**k** : m ,

(H**2** – H**1**) \* V**1**

m**1** \* H**1** \* V**0**

X = - m**k** : V .

(H**2** – H**1**) \* V**1**

при полярографировании с предварительным внесением свинца в полярографируемый раствор

m**1** \* H**1** V**0**

X = - m**2** \* ,

(H**2** – H**1**) V**1** \* m

m**1** \* H**1** V**0**

X = - m**2** \* ,

(H**2** – H**1**) V**1** \* V

где m**1** – масса свинца, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

m**k** *–* масса свинца в контрольном растворе, мкг;

m *–* масса навески продукта, взятая для озоления, г

m**2** – масса свинца, предварительно добавленная для получения чет­кого пика свинца, мкг;

H**1** *–* высота пика свинца, полученного при первом полярографиро­вании, мм;

H**2** – высота пика свинца, полученного при втором полярографиро­вании, мм;

V**o** *–* общий объем испытуемого раствора, приготовленного из озоленной навески, см**3**;

V**1** – объем испытуемого раствора, взятого для полярографирования, см**3**;

V – объем продукта, взятыйдля озоления, см**3**. Вычисление производят до третьего десятичного знака.

4.2. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов (X) двух параллельных определений, допускаемое расхож­дение между которыми не должно превышать при Р = 0,95 30% по отно­шению к среднему арифметическому. Окончательный результат округ­ляют до второго десятичного знака.

4.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли свинца любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет ± 0,05 \* X*.*

4.4. Минимальная концентрация свинца, определяемая указанным методом, составляет 0,06 мкг в см**3** полярографируемого раствора.

4.5. Значения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли свинца одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,22 \* X*.*

4.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60% по отношению к среднему арифметическому значению при = 0,95 (20).

1. **ГОСТ 26933-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения кадмия**

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении кадмия полярографированием в режиме переменного тока.

**1. Метод отбора и подготовки проб**

1.1. Метод отбора проб и подготовки их к испытанию проводится по ГОСТ 26809-86.

2. Подготовка к испытанию

2.1. Дополнительная подготовка проб и минерализация продуктов путем озоления по ГОСТ 26929-86.

2.2. Проверка и подготовка лабораторной посу­ды

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, во­дой, азотной кислотой плотностью 1,40 г/см**3**, несколько раз дистиллиро­ванной и дважды бидистиллированной ванной водой и высушивают. Затем про­мывают раствором дитизона 0,01 г/дм**³**. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона 0,30 г/дм**3** и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона 0,01 г/дм**3**.

Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

2.3. Очистка инертного газа от кислорода

При наличии примеси кислорода более 0,001% газ пропускают через поглотительную смесь, состоящуюиз растворов пирогаллола и гидрооки­си калия в соотношении 1:5.

2.4. Очистка аммиака методом изотермической перегонки

На дно эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси ка­лия или натрия и приливают 500 см**3** водного аммиака по ГОСТ 3760-79, а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см**³** бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака массовой кон­центрации от 130 до 150 г/дм**3**. Концентрацию аммиака в растворе уточ­няют по таблицам на основе измеренных ареометром показателей плот­ности.

2.5. Приготовление фонового электролита

2.5.1. При анализе молочных продуктов используют фоновый электролит А - смешанный раствор о ортофосфорной фосфорной кислоты C (H**3**PO**4**) = 1,3 моль/дм**³** и хлорной кислоты C (HCl**4**) *=* 0,7 моль/дм**³** : смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоты и бидистиллированную воду в соотношении 3:2:5.

2.6. Приготовление основного раствора кадмия

Основной раствор кадмия готовят следующим образом: 1,000 г металлического кадмия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см**³** и растворяют при нагревании на электроплитке в 25 см**³** разбавленной (1:1) азотной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке со слабым нагревом до объема 3 см**³**, приливают 15 см**³** соляной кислоты плотностью 1,19 г/см**³** и вновь выпаривают до того же объема. Выпаривание повторяют еще два раза, добавляя каждый раз по 5 см**³** соляной кислоты. После охлаждения добавляют 50 см**³** соляной кислоты плотностью 1,19 г/см**³**, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см**³** и доводят бидистиллированной водой до метки.

Раствор хранят не более 1 года. Концентрация кадмия в основном растворе равна 1 мг/см**³**.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора кадмия. При изменении концентрации кадмия в испытуемом растворе разбавление проводят бидистиллированной водой.

2.7. Приготовление контрольного раствора

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

2.8. Приготовление испытуемого раствора

При анализе молока и молочных продуктов золу, приготов­ленную по п. 2.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 7см**³** разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавля­ют 13 см**3** бидистиллированной воды и количественно переносят его в де­лительную воронку вместимостью 500см**3**, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой. Добавляют 20 см**3** раствора лимоннокисло­го аммония, 1 см**3** раствора тимолового синего и доводят рН примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака. Цвет раствора должен изме­ниться от красного через желтый до зеленовато-синего.

# Кадмий экстрагирует дитизоном. Дитизоновые экстракты собирают в делительной воронке, промывают 50 см³ бидистиллированной воды и переносят в другую делительную воронку. Водный слой промывают 5 см³ хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизоновым экстрактам.

# В делительную воронку с дитизоновыми экстрактами добавляют 30 см³ 0,2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, встряхивают в течении 2 мин и оставляют до разделения слоев. Дитизоновый раствор в хлороформе отбрасывают.

# Оставшийся в делительной воронке раствор соляной кислоты промывают 5 см³ хлороформа. Хлороформ отбрасывают. Раствор фильтруют в тигель через обеззоленный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³. Делительную воронку и фильтр смывают два раза бидистиллированной водой порциями 10 см³. Промывные воды присоединяют к раствору соляной кислоты, выпаривают на электроплитке при слабом нагреве до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане.

Остаток растворяют в 10 см³ фонового электролита А.

3. Проведение испытания

3.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного то­ка с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см**3**.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,6 до минус 1,0 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

3.1.1. *Прямое полярографирование*

Используют в тех случаях, когда массовая доля кадмия в пробе обеспечивает получение четкого пика металла на полярограмме, а состав элементов в золе не создает помех.

Определение проводят следующим образом: в две конические кол­бы вместимостью 10 или 35 см**3** помещают по 4 см**3** контрольного или испытуемого раствора по пп. 2.7. или 2.8. В первую колбу добавляют 1 см**3**соответствующего фонового электролита или бидистиллированной воды (при работе с фоновым электролитом А) и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно про­мытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика кадмия

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор в таком ко­личестве, чтобы высота пика кадмия па полярограмме примерно удвои­лась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см**3**), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют фоновый электролит или бидистиллированную воду (при работе с фоно­вым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5см**³**. Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и изме­ряют высоту пика кадмия.

3.1.2*. Полярографирование с предварительным внесением кадмия в испытуемый раствор*

Используют при анализе образцов с низкой массовой долей кадмия или в тех случаях, когда на полярограмме вследствие помех из-за слож­ного элементарного состава золы наблюдается только нечеткий изгиб в области пика кадмия,

Определение проводят следующим образом: в две конические кол­бы вместимостью 10 иди 25 см**3** помещают по 4 см**3** контрольного или Испытуемого раствора и добавляют минимальное количество кадмия (0,2-0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на полярограмме четкого пика кадмия.

Далее поступают, как указано в п. 3.1.1.

**Примечание. При работе по пп. 2.8. и 3.1.1., 3.1.2. необходимые объемы жидкости отбирают только пипеткой.**

4. Обработка результатов

4.1. Массовую долю кадмия (A) в млн**ˉ1** (мг/кг) или массовую кон­центрацию (Х) в мг/дм**³** вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с погрешностью до 1мм**,** соответственно ответствен­но по формулам:

при полярографировании по п. 3.1.1.

m**1** \* H**1** \* V**0**

X = - m**k** : m ,

(H**2** – H**1**) \* V**1**

m**1** \* H**1** \* V**0**

X = - m**k** : V ,

(H**2** – H**1**) \* V**1**

при полярографировании по п. 3.1.2.

m**1** \* H**1** V**0**

X = - m**2** \* ,

(H**2** – H**1**) V**1** \* m

m**1** \* H**1** V**0**

X = - m**2** \* ,

(H**2** – H**1**) V**1** \* V

где m *-* масса навески продукта, взятая для озоления, г;

m**1** *-* масса кадмия, добавленная перед вторым полярографированием, мкг;

m**2** – масса кадмия, предварительно добавленная для получения четкого

m**k** *-* масса кадмия а контрольном растворе, мкг;

V**0**  *-* общий объем испытуемого раствора, приготовленного из озоленной

V**1** *-* объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования, см**³**;

V - объем продукта, взятый для озоления, см**3**;

Н**1 –** высота пика кадмия, полученная при первом полярографировании, мм;

Н**2** – высота пика кадмия, полученная при втором полярографирова­нии, мм.

Вычисление производят до третьего десятичного знака.

4.2. За окончательный результат принимают среднее арифметическое (X) результатов двух параллельных определений, допускаемое расхожде­ние между которыми не должно превышать при Р = 0,95 30% по отноше­нию к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

4.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли кадмия любой пробы при допус­каемых методикой изменениях влияющих факторов составляет ±0,08 X.

4.4. Минимальная концентрация кадмия, определяемая указанным методом, составляет 0,02 мкг в см**³** полярографируемого раствора.

4.5. Значения среднеквадратичного отклонения случайной состав­ляющей погрешности измерений массовой доли кадмия одной и тойжепробы в разных лабораториях при допускаемыхметодикой измененияхвлияющих факторов составляет 0,22 Х.

4.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60 % по отношению к среднему арифметическому значению при Р = 0,95 (21).

1. **ГОСТ 26934-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения цинка**

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении цинка полярографированием в режиме переменного тока.

**1. Метод отбора и подготовки проб**

1.1. Метод отбора проб и подготовки их к испытанию проводится по ГОСТ 26809-86.

2. Подготовка к испытанию

2.1. Дополнительная подготовка проб и минерализация продукта пу­тем озоления по ГОСТ 26929 - 86.

2.2. Проверка и подготовка лабораторной посу­ды

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, во­дой, азотной кислотой плотностью 1,40 г/см**3**, несколько раз дистиллиро­ванной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем про­мывают раствором дитизона 0,01 г/дм**3**. Даже при незначительном изме­нении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполня­ют посуду раствором дитизона 0,30 г/дм**3** и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, ис­пользуя раствор дитизона 0,01 г/дм**3**.

Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

2.3. Очистка инертного газа от кислорода

При наличии примеси кислорода более 0,001% газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

2.4. Очистка аммиака методом изотермической

На дно эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 см**3** водного аммиака по ГОСТ 3760-79, на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см**3**бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака концентрации от 130 до 150 г/дм**3**. Концентрация аммиака в растворе уточняется на ос­нове измеренных ареометром показателей плотности.

2.5. Приготовление фоновых электролитов

Для анализа молочных продуктов используют фоновый электролит А - раствор концентрации хлористого аммония *С* (NH**4**Cl) *=* 1 моль/дм**3** и аммиака *С* (NH**3**) = 1 моль/дм**3**. 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и переносят а мерную колбу вместимостью 1000 см**3**. В колбу добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 17 г аммиака. Необходимый объем раствора аммиака рассчи­тывают на основе измеренных ареометром показателей плотности (от 63 до 75 см**3** водного аммиака ос.ч. или от 120 до 130 см**3** очищенного изо­термической перегонкой аммиака ч.д.а.). Объем в колбе доводят до мет­ки бидистиллированной водой.

2.6.Приготовление основного раствора цинка

2.6.1. 1,000 г гранулированногоцинка растворяют в 7 см**3** разбавлен­ной (1:1) соляной кислоты, количественно переносят в мернуюколбувместимостью 1000 см**3** и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

2.6.2. 1,242 г окиси цинка, высушенной при (104 ± 1)°С до постоян­ной массы, растворяют в 3,65 см**3** соляной кислоты плотностью l,19 г/см**3**, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см**3** и до­водятобъем раствора до метки бидистиллированной водой.

2.6.3. Основной раствор хранят не более 1 года. Концентрация цинка в основном растворе равна 1 мг/см**3**.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят в день ис­пытания последовательным разбавлением основного раствора цинка в 10, 100 и 1000 раз. При измерении концентрации цинка в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление прово­дят бидистиллированной водой.

2.7. Приготовление контрольного раствора

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготов­лению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество цинка, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

2.8. Приготовление испытуемого раствора

2.8.1. При анализе молока и молочных продуктов золу, приготов­ленную по п. 2.1, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см**3** разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см**3** и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют в 4 см**3** раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм**3**, добавляют 4 см**3** раствора лимоннокислого аммония и ней­трализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 25 см**3**, смывая его несколько раз фоновым электролитом. Если появля­ется помутнение раствора, объем добавляемого лимоннокислого аммо­ния следует увеличить до 5 см**3**. Объем раствора в колбе доводят до мет­ки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 мкг/см**3**. В случае более высокой концентрации проводят его допол­нительное разведение фоновым электролитом.

3. Проведение испытания

3.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного то­ка с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5см**3.**

Полярограмму записывают при напряжении от минус 1,0 до минус 1,4 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

3.1.1*.* Полярографирование при использовании фонового электроли­та А

В две конические колбы вместимостью 10 или 2S см**3** помещают по 8 см**3** контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по п. 2.8.1, и 1 см**3** раствора сульфита натрия. В первую колбу добавляют 1 см**3** бидистиллированной воды. Раствор немедленно переносят в элек­тролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и из­меряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор цинка в та­ком количестве, чтобы высота пика цинка на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см**3**), чтобы предотвратить изменение концен­трации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу до­бавляют бидистиллированную воду в объеме, необходимом для доведе­ния его до 10 см**3**. Далее поступают так же, как с раствором без добавки.

**Примечание. При работе по пп. 2.7, 2.8. и 3.1. необходимые объемы жидкостей отбирают только пипетками.**

# 4. Обработка результатов

4.1. Массовую долю цинка (X) в млн**ˉ¹** (мг/кг) или массовую кон­центрацию (X) в мг/дм**3** вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

m**1** \* H**1** \* V**0** \* B

X = - m**k**  : m ,

(H**2** – H**1**) \* V1

m**1** \* H**1** \* V**0** \* B

X = - m**k** : V ,

(H**2** – H**1**) \* V1

где m**1** — масса цинка, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

H**1** *–* высота пика цинка, полученного при первом полярографировании мм;

H**2 –** высота пика цинка, полученного при втором полярографировании, мм;

m**k** — масса цинка в контрольном растворе, мкг;

m *-* масса навески продукта, взятая для озоления, г;

V**0** *—* общий объем раствора, приготовленного из озоленной навес­ки. см**3**;

V**1** – объем испытуемого раствора, взятого для полярографирования, см**³**;

V - объем продукта, взятый для озоления, см**3**;

В – кратность дополнительного разведения при большой концентрации цинка в испытуемом растворе.

Вычисление производят до второго десятичного знака.

4.2. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов (X) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при Р = 0,95 20% по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют ют до первого десятичного знака.

4.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли цинка любой пробы при допуска­емых методикой изменениях влияющих факторов составляет + 0,04 X.

4.4. Минимальная концентрация цинка, определяемая указанным ме­тодом, составляет 0,2 мкг в см полярографируемого раствора.

4.5. Значения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли цинка одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,14 Х.

4.6. Допускаемые расхождения между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 40 % по отношению к среднему арифметическому значению при Р = 0,95 (22).

**Заключение**

Я изучила методы исследования качества масла вологодского:

* изучила требования к показателям качества вологодского масла и сырья, необходимого для его изготовления;
* определила методы, используемые для оценки качества готового продукта и сырья, а также охарактеризовала их.

По моему мнению, из вышеописанных методов, наибольшую важность представляют методы определения содержания токсических веществ в готовом продукте, так как при их высоком содержании в продукте они оказывают негативное влияние на организм: способствуют возникновению мутаций, злокачественных опухолей, оказывают токсическое действие на организм. Хотя, органолептические показатели тоже важны, так как делают продукт привлекательным для потребителя, а также позволяют судить о качестве самого продукта и сырья, необходимого для его производства.

**Список использованной литературы**

1. Производство сливочного масла/ Андрианов Ю. П., Вышемирский Ф. А., Качераускис Д. В. и др., под ред. Вышемирского Ф. А. – М.: Агропромиздат, 1988. – 268 с.
2. Твердохлеб Г. В., Диланян З. Х., Чекулаева Л. В., Шиллер Г. Г. Технология молока и молочных продуктов. – М.: Агропромиздат, 1991. – 463 с.
3. ГОСТ 37-91 Масло коровье
4. Вышемирский Ф. А. Маслоделие в России: История, состояние, перспективы. – Углич: Б. и., 1998. – 589 с.
5. ГОСТ 13264-88 Молоко коровье. Требования при заготовке
6. Соколова 3. С., Чекулаева Л. В., Ростроса Н. К., Лакомова Л. И., Тиняков В. Г. Лабораторный практикум по технологии молока и молочных продуктов. - М.: Легкая и пищевая пром-сть, 1984. – 216 с.
7. ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу
8. ГОСТ 3625-84 Молоко и молочные продукты. Методы определения плотности
9. ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности
10. ГОСТ 5867 – 90 (СТ СЭВ 3838 –82) Молоко и молочные продукты. Методы определения жира
11. ГОСТ 8218-89 Молоко. Метод определения чистоты
12. ГОСТ 25228-82 Молоко и сливки. Метод определения термоустойчивости по алкогольной пробе
13. ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию
14. ГОСТ 3626-73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества
15. ГОСТ 26929-86 Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов
16. ГОСТ 26927 – 86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути
17. ГОСТ 26928 – 86 Продукты пищевые. Метод определения железа
18. ГОСТ 26930-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка
19. ГОСТ 26931-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения меди
20. ГОСТ 26932-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца
21. ГОСТ 26933-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения кадмия
22. ГОСТ 26934-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения цинка