

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
імені В. Н. КАРАЗІНА

ВПРОВАДЖЕННЯ СИСТЕМИ ХАССП У ВИРОБНИЦТВА ХАРЧОВОЇ ПРОДУКЦІЇ

Методичні вказівки
до лабораторних робіт для здобувачів вищої освіти другого
(магістерського) рівня денної форми здобуття освіти за
спеціальністю 015 «Професійна освіта (Аграрне виробництво,
переробка сільськогосподарської продукції та харчові технології)»

Електронний ресурс

Харків – 2025

Рецензенти:

Євлаш В. В. – доктор технічних наук, професор, зав. кафедри хімії, біохімії, мікробіології та гігієни харчування Державного біотехнологічного університету;

Литвин О. О. – доктор фізико-математичних наук, професор, в.о. зав. кафедри харчових технологій легкої промисловості і дизайну Навчально-наукового інституту "Українська інженерно-педагогічна академія" Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна.

*Затверджено до розміщення в мережі Інтернет рішенням Науково-методичної ради
Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна
(протокол № 8 від 28 березня 2025 року)*

Впровадження системи ХАССП у виробництва харчової продукції :
В 80 методичні вказівки до лабораторних робіт для здобувачів вищої освіти другого (магістерського) рівня денної форми здобуття освіти за спеціальністю 015 «Професійна освіта (Аграрне виробництво, переробка сільськогосподарської продукції та харчові технології)» [Електронний ресурс] / укладачі І. В. Цихановська, Т.А. Лазарева. – Харків : ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2025. – (PDF 22 с.)

Методичні вказівки для здобувачів вищої освіти другого (магістерського) рівня денної форми здобуття освіти за спеціальністю 015 «Професійна освіта (Аграрне виробництво, переробка сільськогосподарської продукції та харчові технології)» містять рекомендації щодо виконання лабораторних робіт. Рекомендації складено відповідно до програми дисципліни «Впровадження системи ХАССП у виробництва харчової продукції харчових виробництв», яка викладається магістрам 1 курсу спеціальності 015 «Професійна освіта (Аграрне виробництво, переробка сільськогосподарської продукції та харчові технології)» ХНУ імені В. Н. Каразіна. Методичні вказівки допоможуть здобувачам вищої освіти засвоїти теоретичний курс і набути практичних навичок.

УДК 664:631.147(075.8)

© Харківський національний
університет імені В. Н. Каразіна, 2025
© Цихановська І. В., Лазарева Т.А.,
уклад., 2025

ЗМІСТ

Лабораторна робота № 1. «Визначення показників якості харчових жирів».....	4
Лабораторна робота № 2. «Визначення вмісту цукрів у харчових продуктах».....	9
Лабораторна робота № 3. «Визначення вмісту білків у харчових продуктах».....	16
Література.....	21

Лабораторна робота № 1

«Визначення показників якості харчових жирів»

Мета: Вивчити такі показники якості харчових жирів, як число омилення, йодне і кислотне числа.

План роботи

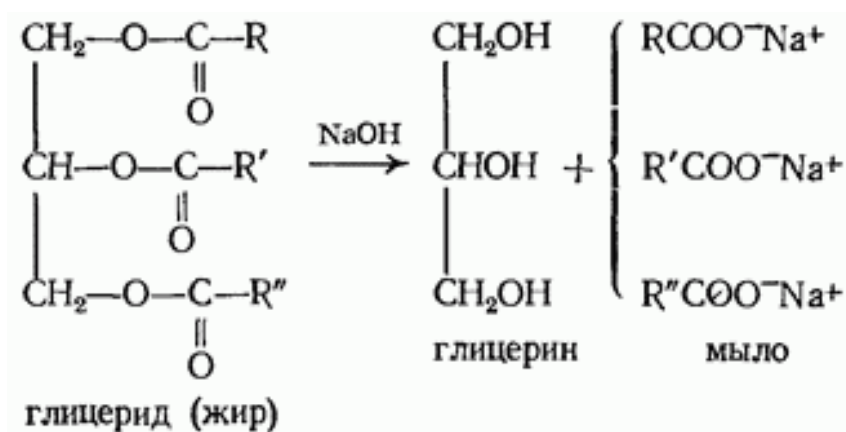
- 1.1. Визначення числа омилення жиру
- 1.2. Визначення кислотного числа жиру
- 1.3. Визначення іодного числа жиру

1.1. Визначення числа омилення жиру

Властивості і якість олії визначають за такими показниками, як число омилення, йодне і кислотне числа.

Якість жирів визначається відповідними нормативними документами: ДСТУ 4492:2017 Олія соняшникова. Технічні умови, ДСТУ 8175:2015 Олія ріпакова. Технічні умови, ДСТУ 4534:2006 Олія соєва. Технічні умови, ДСТУ 8175:2015 Олія ріпакова. Технічні умови.

Жири під впливом лугів гідролізуються з утворенням мила та гліцеролу (гліцерину).



Число омилення це число міліграмів їдкого калію яке необхідно для омилення гліцеридів та нейтралізації вільних жирних кислот в, що істяться в 1 г жиру.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Приготування спиртового 250 см³ розчину гідроксиду калію 0,4 М. 5,60 г КОН розчиняють у мірній колбі у 100 см³ етилового спирту.
2. Приготування спиртового 100 см³ розчину хлоридної кислоти 0,4 М. Ареометром вимірюють густину концентрованої соляної кислоти і за таблицею знаходять молярну концентрацію розчину, яка відповідає даній густині.

Густина, кг/дм ³	Молярність, М, моль/дм ³
1,048	2,87

1,098	6,02
1,149	9,45
1,159	10,17
1,169	10,90
1,179	11,64
1,189	12,39

Розраховують об'єм концентрованої кислоти ($V_1(\text{HCl})$), який потрібно для приготування 0,4 М розчину кислоти необхідного об'єму за формулою:

$$V_1(\text{HCl}) = \frac{C_2(\text{HCl}) \times V_2(\text{HCl})}{C_1(\text{HCl})}$$

де: $V_2(\text{HCl})$ – об'єм розчину, який треба приготувати, дм^3 ;

$C_2(\text{HCl})$ – концентрація розчину, який треба приготувати, моль/дм^3 ;

$C_1(\text{HCl})$ – визначена концентрація концентрованої кислоти, моль/дм^3 .

Розрахований об'єм відміряють мірним циліндром, розводять етанолом до заданого об'єму і добре перемішують. 4,6 см^3 концентрованої хлоридної кислоти розчиняють у мірній колбі у 100 см^3 етилового спирту.

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОЗЧИНУ ХЛОРИДНОЇ КИСЛОТИ

1. Зважують приблизно 0,8 г натрій тетраборату (фіксують точну масу), висипають її в колбу для титрування, розчиняють у приблизно 50 см^3 води.

2. До розчину додають 1–2 краплини метилового оранжевого.

3. Бюретку для титрування заповнюють розчином HCl .

3. Титрують розчином HCl до зміни забарвлення розчину від жовтого до рожевого.

4. Розрахунки точної концентрації кислоти $C(\text{HCl})$ проводять за формулою:

$$C(\text{HCl}) = \frac{m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) * 1000}{M(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) * V(\text{HCl})}$$

де: m – наважка тетраборату, г;

M – молярна маса тетраборату поділена на 2, моль/дм^3 ;

V – об'єм кислоти, який пішов на титрування, дм^3 .

ХІД РОБОТИ

1. У конічні колби на 250 см^3 з притертими пробками (досліджувана проба) вносять методом зважування приблизно по 2 г олії.

2. В іншу (контрольна проба) додають – 2 см^3 води.

3. У кожену колбу доливають по 25 см^3 0,4 М спиртового розчину гідроксиду калію, фіксують точне значення об'єму лугу у контрольній пробі (для наступного дослідження).

4. Кип'ятять досліджувану пробу зі зворотнім холодильником на водяній бані впродовж 50 хв. При цьому відбувається повне омилення жирів і нейтралізація вільних жирних кислот.

5. В обидві колби додають по 2–3 краплі розчину фенолфталеїну.

6. Відтитровують розчином соляної кислоти (концентрація якої визначена попередньо) до зникнення рожевого забарвлення (до нейтральної реакції) Результати титрування заносять у таблицю.

7. Число мг КОН, що витратилось на нейтралізацію жирних кислот у 1г жиру або число омилення (Ne), розраховують за формулою:

$$Ne = \frac{(V_k - V_d) \times M(KOH) \times C(HCl)}{m}$$

де $(V_k - V_d)$ – різниця результатів титрування відповідно контрольної та дослідної проб, dm^3 ;

$M(KOH) = 56$ г/моль – молярна маса гідроксиду калію;

$C(HCl)$ – молярна концентрація розчину хлоридної кислоти, моль/ dm^3 .

m – наважка жиру, г.

8. Результати розрахунків заносять в таблицю, порівнюють отримані результати з літературними даними.

олія	m, г	V_k, cm^3	V_d, dm^3	$V_k - V_d, dm^3$	Ne, експ.	Ne, літ.

1.2. Визначення кислотного числа жиру

Кислотністю жиру або кислотним числом жиру називають число міліграмів їдкого калію, що необхідне для нейтралізації вільних жирних кислот, які містяться в 1 г жиру.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

Приготування 100 cm^3 спиртового розчину гідроксиду калію 0,1 М 25 cm^3 0,4 М розчину КОН розчиняють у мірній колбі у 100 cm^3 етилового спирту.

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОЗЧИНУ КОН ЗА ТИТРОВАНИМ РОЗЧИНОМ HCl

1. Точну концентрацію розчину лугу встановлюють за результатами титрування контрольної проби попереднього досліді.

2. Концентрацію розчину лугу розраховують за формулою:

$$C(KOH) = \frac{C(HCl) \times V(HCl)}{4 \times V(KOH)}$$

де: $C(KOH)$ – концентрація лугу, моль/ dm^3 ;

$C(HCl)$ – концентрація кислоти, моль/ dm^3 ;

$V(HCl)$ – об'єм кислоти, який пішов на титрування, dm^3 ;

$V(KOH)$ – об'єм розчину лугу, який взятий для титрування (беремо з попереднього досліді), dm^3 ;

4 – коефіцієнт розведення.

ХІД РОБОТИ

1. У колби зважують по ~50 г олії. Точну масу записують до таблиці.

2. У кожну колбу додають по 50 cm^3 спирту.

3. Додають 2–3 краплі фенолфталеїну та вміст ретельно перемішують

для максимального розчинення вільних жирних кислот

4. Відтитровують розчином гідроксиду калію до появи незникаючого після збовтування рожевого забарвлення (забарвлення не повинне зникати впродовж 0,5–1 хв.). Результати титрування записують до таблиці.

5. Число мг КОН що витратилось на титрування вільних жирних кислот в 1 г олії, або кислотне число (Na) розраховують за формулою:

$$Na = \frac{V(KOH) \times C(KOH) \times M(KOH)}{m}$$

де $V(KOH)$ – об'єм розчину гідроксиду калію, витраченого на титрування досліджуваної проби, dm^3 ;

$C(KOH)$ – концентрація розчину КОН, моль/ dm^3 ;

$M(KOH)=56g/моль$ – молярна маса;

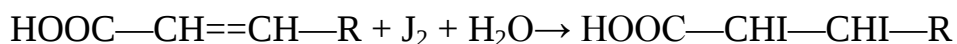
m – наважка жиру, г.

6. Результати розрахунків заносять в таблицю, порівнюють отримані результати з літературними даними.

олія	m, г	$V(KOH)$, dm^3	Na, експ.	Na, літ.

1.3. Визначення іодного числа жиру

Іодним числом жиру називають число грамів йоду, що прореагувало з 100 г жиру. Це число вказує на вміст у жирі ненасичених жирних кислот. Іодне число характеризує, зокрема, здатність олії до висихання (чим воно більше, тим більше здатність). Визначення іодного числа ґрунтується на реакції приєднання йоду за місцем подвійного зв'язку, що протікає за рівнянням:



ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Приготування 100 cm^3 спиртового розчину йоду 0,1Н. 1,27 г йоду розчиняють у мірній колбі у 100 cm^3 етилового спирту (точної наважки дотримуватися не обов'язково).

2. Приготування 250 cm^3 розчину тіосульфату натрію 0,1Н (екв/ dm^3). 3,1г тіосульфату натрію переносять в мірну колбу місткістю 250 cm^3 , доводять водою до мітки (точної наважки дотримуватися не обов'язково).

3. Приготування 0,1Н розчину біхромату калію. Приблизно 0,49 г біхромату калію зважують, переносять кількісно в мірну колбу місткістю 100 cm^3 , розчиняють і доводять водою об'єм розчину до мітки. Значення точної маси фіксують. Точну молярну концентрацію еквіваленту розчину біхромату калію, екв/ dm^3 визначають за формулою:

$$C_H(K_2Cr_2O_7) = \frac{6 \times m(K_2Cr_2O_7)}{V \times M(K_2Cr_2O_7)}$$

де: $m(K_2Cr_2O_7)$ – наважка біхромату калію, г;

$M(K_2Cr_2O_7)$ – молярна маса біхромату калію, г/моль;

V – об'єм розчину, який готується, dm^3 ;

6 – кількість електронів, які приймають участь у реакції.

4. Приготування 10 см³ розчину йодиду калію 0,2Н. 0,33г йодиду калію розчиняють у 10 см³ дистильованої води (точної наважки та об'єму води дотримуватися не обов'язково).

5. Приготування 1% -ного розчинного крохмалю. 0,5 г крохмалю розмішують з 10 см³ холодної води. Отриману суміш доливають тонкою цівкою при безперервному помішуванні в 90 см³ киплячої води. Гарячий готовий крохмаль відфільтровують в пляшку і закривають її корком. Можна розлити крохмаль в маленькі пляшки, закрити їх ватними пробками і пропастеризувати. У такому вигляді розчин крохмалю зберігається тривалий час.

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОЗЧИНУ ТІОСУЛЬФАТУ НАТРІЮ

1. У конічну колбу відміряють піпеткою 10см³ розчину біхромату калію;

- розчин підкисляють 20см³ 0,5 М розчином соляної кислоти;
- у колбу мірним циліндром додають 10 см³ розчину йодиду калію;
- розчини збовтують, колби закривають і витримують у темному місці не менш 5хв для завершення реакції взаємодії біхромату калію з йодидом калію;

- до розчинів додають по ~50см³ дистильованої води.

2. Чисту суху бюретку заповнюють приготвленим розчином тіосульфату натрію.

3. Титрують приготвлenu пробу до лимонно-жовтого забарвлення, потім додають до розчину 1–2 см³ розчину крохмалю й дотитровивують до зникнення синього фарбування.

4. Молярну концентрацію еквіваленту розчину тіосульфату екв/дм³ розраховують за формулою:

$$C_H(Na_2S_2O_3) = \frac{V(K_2Cr_2O_7) \times C_H(K_2Cr_2O_7)}{V(Na_2S_2O_3)}$$

де: $V(K_2Cr_2O_7)$ – об'єм розчину біхромату калію, дм³, який було взяти для титрування;

$C_H(K_2Cr_2O_7)$ – молярна концентрація еквіваленту розчину біхромату калію, моль-екв/дм³;

$V(Na_2S_2O_3)$ – об'єм розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування, дм³.

ХІД РОБОТИ

1. В колбу помістити наважку олії масою 1 г (досліджувана проба).

2. В другу колбу помістити 1 см³ води (контрольна проба).

3. У кожену колбу додають по 20 см³ спиртового розчину йоду та перемішують.

4. Через 15 хв. вміст колб відтитрують розчином тіосульфату натрію спочатку до появи слабо-жовтого забарвлення, а потім, додавши 1 см³ розчину крохмалю, титрують до зникнення синього забарвлення, результати титрування контрольної проби (V_K) та дослідного зразка (V_D) занести до таблиці.

5. Іодне число (N_j) розраховують за формулою:

$$(N_j) = \frac{(V_k - V_d) \times C(Na_2S_2O_3) \times 100}{m}$$

де: V_k – об'єм розчину тіосульфату натрію, dm^3 , який було витрачено на титрування контрольної проби;

V_d – об'єм розчину тіосульфату натрію, dm^3 , який було витрачено на титрування дослідної проби;

100 – маса (г) жиру на яку розраховується значення Іодного числа;

m – наважка жиру, г.

6. Результати розрахунків заносять в таблицю, порівнюють отримані результати з літературними даними.

олія	m , г	V_k , dm^3	V_d , dm^3	$V_k - V_d$, dm^3	N_j , експ.	N_j , літ.

Контрольні запитання

1. Наведіть формулу розрахунку іодного числа (N_j) жиру.
2. Наведіть формулу розрахунку іодного числа (N_a) жиру.
3. Наведіть формулу розрахунку числа омилення (N_e) жиру.
4. Вкажіть продукти (сполуки) лужного гідролізу жирів.
5. Дайте визначення поняттям «Число омилення», «Кислотне число», «Іодне число».

Лабораторна робота № 2

«Визначення вмісту цукрів у харчових продуктах»

Мета заняття: Ознайомитися з методами визначення цукрів у харчових продуктах.

План

2.1 Іодометричний метод визначення вмісту цукрів у харчових продуктах

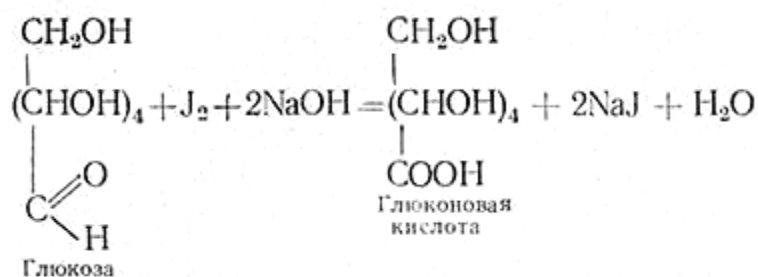
2.2. Перманганатометричний метод визначення вмісту цукрів у харчової продукції

2.3. Поляриметричний метод вмісту цукрів у харчових виробках

2.1 Іодометричний метод визначення вмісту цукрів у харчових продуктах

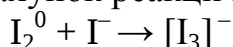
Метод заснований на окисненні редукуючих цукрів (лактоза, глюкоза, фруктоза), що містять альдегідну групу, йодом в лужному середовищі. Масову частку сахарози визначають по різниці між кількістю взятого і невитраченого йоду, що визначається титруванням тиосульфатом натрію.

Окиснення глюкози йодом відбувається за рівнянням:



Іодометрія поряд з перманганатометрією є одним з найпоширеніших методів редоксметричного титрування. Іодометричне титрування дозволяє визначати вміст у розчинах як речовин, що мають відновні властивості, так і речовин, що є окиснювачами.

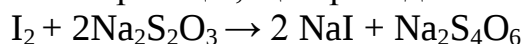
Основним робочим розчином у іодометрії є розчин іоду в розчині KI. Розчинення іоду відбувається за рахунок реакції комплексоутворення:



Такий розчин містить як іод у вигляді простої речовини I_2^0 (окиснена форма), так і іод у відновленій формі I^- . При взаємодії з окисниками або відновниками відбувається перехід з однієї форми в іншу:



При взаємодії розчину з відновниками кількість I_2^0 зменшується, а з окисниками – збільшується. Кількість іоду, що перебуває в розчині визначається шляхом титрування цього розчину розчином тіосульфату натрію. При цьому відбувається реакція, що проходить за реакцією:



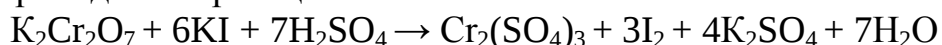
Визначення відновників проводиться методами прямого й зворотного титрування.

Пряме титрування полягає в безпосередньому оттитруванні розчину відновника розчином іоду з відомою концентрацією.

Зворотне титрування здійснюється шляхом додавання до розчину відновника надлишку розчину іоду з відомою концентрацією. При цьому частина іоду вступає в реакцію з відновником, а частина залишається в розчині. Йод, що залишився, оттитровують розчином тіосульфату натрію.

Визначення окисників проводиться методом непрямого титрування. Метод полягає в обробці розчину окисника розчином іодиду калію. Кількість іоду, що виділився при цьому, еквівалентна вмісту окисника в розчині, вона визначається шляхом титрування розчином тіосульфату натрію.

У якості настановного розчину для визначення точної концентрації розчину тіосульфату натрію використовується розчин біхромату калію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. При взаємодії іодиду калію з біхроматом калію відбувається реакція, що проходить за реакцією:



У якості індикатору при іодометричному титруванні застосовують розчин крохмалю, який навіть із невеликою кількістю йоду дає інтенсивне синє забарвлення.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Приготування 100 см³ розчину іоду 0,1 н. Зважують 10 г іодиду калію. Переносять його у мірну колбу на 100 см³. Додають у колбу 1,27 г металевго іоду. Рідину перемішують до повного розчинення іоду, об'єм доводять водою до мітки. Фіксувати точні значення наважок не обов'язково.

2. Приготування 100 см³ розчину гідроксиду натрію (калію) 0,1 М. 0,56г КОН розчиняють у мірній колбі у 100 см³ дистильованої води.

3. Приготування 100 см³ розчину хлоридної кислоти 0,5 н. 5,7 см³ концентрованої хлоридної кислоти (густина $\rho=1,14$ г/см³) розводять дистильованою водою у мірній колбі на 100 см³.

4. Приготування розчину глюкози (фруктози) приблизно 5%.

Приблизно 0,50 г глюкози (фруктози) розчиняють у 9 г дистильованої води. Розчин готується ваговим методом. Фіксують точні наважки глюкози (фруктози) та води. Дані заносять до таблиці. Розраховують масову долю (по приготуванню) моносахаридів у розчині (ω_{Π}):

$$\omega_{\Pi} = \frac{m_{\text{М}}}{m_{\text{М}} + m_{\text{В}}} 100$$

моносахарид	$m_{\text{М}}$, г	$m_{\text{В}}$, г	ω_{Π}

де: $m_{\text{М}}$ – наважка моносахариду, г;

$m_{\text{В}}$ – наважка води, г.

5. Приготування розчинів біхромату калію, крохмалю, тіосульфату натрію, іодиду калію та встановлення їх точних концентрацій виконують, як це описано у попередній роботі.

ХІД РОБОТИ

1. 1 г 5% розчину глюкози (фруктози) відвішують на вагах в конічну колбу місткістю 250 см³. Фіксують точне значення наважки.

2. Піпеткою додають в колбу 10 см³ 0,1н розчину іоду.

3. Шприц на 20 см³ наповнюють 0,1 н розчином гідроксиду калію.

4. У колбу з глюкозою (фруктозою) зі шприца поступово додають розчин гідроксиду калію до зміни забарвлення розчину на блідо жовтий.

5. Колбу закривають пробкою і залишають у спокої в темному місці.

6. Через 20 хв в колбу додають 8 см³ 0,5 н розчину хлоридної кислоти і титрують іод, який виділився 0,1Н. розчином тіосульфату натрію. Після переходу кольору розчину з бурого в жовтуватий в колбу додають 1 см³ 1%-ного розчину крохмалю і титрування продовжують до зникнення синього забарвлення. Фіксують об'єм, який було витрачено на титрування ($V_{\text{Д}}$).

7. Повторюють титрування за тією ж схемою без розчину глюкози (фруктози) (контрольна проба). Фіксують об'єм, який було витрачено на титрування ($V_{\text{К}}$).

8. Розрахунок маси моносахариду, який міститься в пробі, проводять за рівнянням:

$$m_{\text{с}} = \frac{(V_{\text{К}} - V_{\text{Д}}) \times C_{\text{Н}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times M(\text{C})}{2 \times 1000}$$

де: V_K – об'єм розчину тіосульфату натрію, см^3 , який було витрачено на титрування контрольної проби;

V_D – об'єм розчину тіосульфату натрію, см^3 , який було витрачено на титрування дослідної проби;

$C_H(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – молярна концентрація еквіваленту розчину тіосульфату моль-екв/дм³;

$M(C) = 180$ г/моль – молярна маса глюкози, або фруктози;

2 – кількість еквівалентів моносахариду, яка міститься в одному молі;

1000 – перерахунок см^3 у дм³.

моносахарид	$V_K, \text{см}^3$	$V_D, \text{см}^3$	$V_K - V_D, \text{см}^3$	$m_c, \text{г}$

9. Розрахунок визначеної за результатами дослідів масової долі моносахаридів (ω_d) проводять за формулою:

$$\omega_d = \frac{m_c}{m_p} 100$$

де: m_p – маса розчину моносахариду, взятого для титрування, г.

моносахарид	$m_c, \text{г}$	$m_p, \text{г}$	$\omega_d, \%$	$\omega_n, \%$

10. Чим можуть бути обумовлені відхилення визначеної масової долі, від розрахованої?

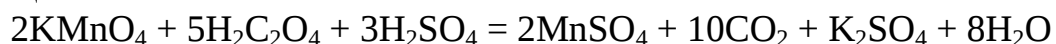
2.2. Перманганатометричний метод визначення вмісту цукрів у харчовій продукції

Перманганатометричні методи засновані на здатності карбонільних груп відновників, зокрема цукрів окислюватися в рідині Фелінга і відновлювати окис міді до закису. За кількістю закису міді, яка утворилася визначають кількість редуруючих цукрів, використовуючи при цьому спеціальні таблиці, складені для певних умов дослідів.

Окиснення глюкози перманганатом калію відбувається за рівнянням:



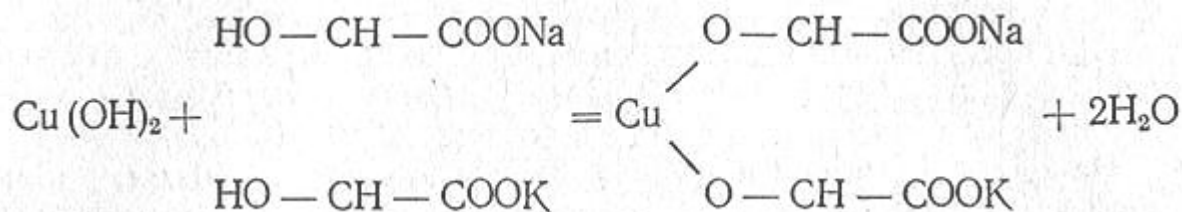
У якості настановного розчину для визначення точної концентрації розчину перманганату калію використовується розчин оксалату натрію $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. У процесі титрування розчину оксалату натрію розчином перманганату калію в кислому середовищі відбувається реакція, що протікає за реакцією:



Розчини перманганату калію мають досить інтенсивне забарвлення, тому метод не вимагає застосування спеціальних індикаторів.

Фелінгова рідина утворюється при взаємодії лужного розчину сегнетової солі, тобто калій-натрієвої солі винної кислоти (Фелінг II), з розчином сірчаної кислоти міді (Фелінг I). При зливанні цих розчинів

відбувається реакція в дві фази: спочатку утворюється блакитний осад свіжоосадженого купрум (II) оксиду $\text{CuSO}_4 + 2\text{NaOH} = \text{Cu}(\text{OH})_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$; потім гідрат, який виділився реагує з сегнетовій сіллю, рідина набуває темно-синього кольору від добре розчинної у воді комплексної солі міді, яка утворилася:



Комплексна сіль – сполука нестійка, тому в присутності цукрів, що містять альдегідну або кетонну групу, відбувається відновлення купрум (II) оксиду – CuO та виділення нерозчинного червоного осаду купрум (I) оксиду – Cu_2O .

Існує кілька модифікацій перманганатного методу. Класичним методом вважається метод Бертрана, в практиці технохімічного контролю широко застосовують його модифікацію – метод Макс-Мюллера.

Сахара в харчових концентратах, що не містять молоко, і в продукції овочесушильного виробництва визначають методом Бертрана. Для харчових концентратів, що містять молоко, застосовують метод Бертрана в модифікації. Методи відрізняються різною концентрацією розчинів Фелінга і часом кип'ятіння випробовуваних розчинів з рідиною Фелінга.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Приготування 100 см³ розчину Фелінгу I – купрум (II) сульфату – CuSO_4 водний розчин 0,16 М. 4 г чистої кристалічної солі $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ розчиняють в 100 см³ води.

2. Приготування 100 см³ розчину Фелінгу II – калій-натрій виннокислий 0,71 М лужний розчин 3,75 М. Розчиняють у воді 20 г калію-натрію виннокислого і 15 г гідроксиду натрію або 21 г гідроксиду калію, потім зливають разом і доводять об'єм в мірній колбі до 100 см³.

3. Приготування 100 см³ розчину квасців железоаммонійних водний розчин 0,18М. 8,6 г квасців (окисних) розчиняють у воді, обережно додають 10 см³ сірчаної кислоти і розводять водою до 100 см³.

4. Приготування 5% розчин глюкози (фруктози). приблизно 5 г глюкози (фруктози) розчиняється у 95 г води. Розчин готують ваговим методом. Точні значення наважок фіксують і заносять до таблиці:

моносахарид	m_M , г	m_B , г	ω_{Π}

Розраховують масову долю (по приготуванню) моносахаридів у розчині (ω_{Π}):

$$\omega_{\Pi} = \frac{m_M}{m_M + m_B} 100$$

де: m_M – наважка моносахариду, г;

m_b – наважка води, г.

5. Приготування розчину перманганату калію та встановлення його точної концентрації проводять так, як описано в ЛР 1.

ХІД РОБОТИ

1. У конічну колбу послідовно вносять по 20 мл розчинів Фелінга I і II, розчини змішують.

2. У колбу доливають 2 г 5% розчину глюкози (фруктози) відвішуючи потрібну масу на вагах. Точну масу (m_p) фіксують та заносять до таблиці.

3. Вміст колби перемішують і нагрівають до кипіння. Кип'ять протягом 3 хв, рахуючи від появи перших бульбашок. Розчин повинен бути блакитного кольору. Після цього припиняють нагрів, ставлять в похилому положенні для кращого осідання осаду закису міді і гарячу рідину зливають з осаду закису міді через фільтр, встановлений на воронці.

4. Осад промивають кілька разів гарячою дистильованою водою до зникнення лужної реакції промивних вод. Промивні води пропускають через фільтр для уловлювання часток осаду, які уносяться з промивними водами. Щоб уникнути переходу закису міді в окис при зіткненні з повітрям осад весь час повинен перебувати під водою.

5. Фільтр з залишками осаду промивають розчином железоаммонійних квасців зливаючи фільтрат у колбу з осадом. У колбу з осадом доливають розчин квасців до повного розчинення осаду закису міді. У присутності железоаммонійні квасців осад закису міді відновлює еквівалентну кількість тривалентного заліза у двовалентне, кількість якого визначається титруванням розчином перманганату калію.

6. Вміст колби титрують розчином калій перманганату до незникаючого протягом 1 хвилини слабо-рожевого забарвлення. Результати титрування заносять до таблиці.

моносахарид	m_p , г	$V(KMnO_4)$, см ³	ω_d , %	ω_n , %

7. Розраховують визначену масову долю розчину моносахариду (ω_d) за рівнянням:

$$\omega_d = \frac{C_n(KMnO_4) \times V(KMnO_4) \times M(C)}{2 \times 10 \times m_p}$$

де: $C_n(KMnO_4)$ – молярна маса еквівалента перманганату калію, моль-екв/дм³;

$V(KMnO_4)$ – об'єм перманганату калію витрачений на титрування, см³;

$M(C) = 180$ г/моль – молярна маса глюкози, або фруктози;

m_p – точне значення наважки розчину моносахариду, г;

2 – кількість електронів, яку віддає молекула моносахариду;

10 – коефіцієнт перерахунку об'ємів та відсотків.

2.3. Поляриметричний метод вмісту цукрів у харчових виробках

Метод заснований на залежності кута обертання площини поляризації

поляризованого світла розчинами оптично-активних речовин. Величина кута обернення пропорційна вмісту оптично активної речовини у розчині.

Оптично активними є розчини вуглеводів: сахарози, глюкози, фруктози та інш. Таким чином поляриметричний метод може бути використаний для визначення вмісту цих речовин у різних продуктах .

Величина кута обернення площини поляризації суттєво залежить від частоти випромінювання та способу поляризації світла. У роботі використано лабораторний цукрометр СУ-2 у якому використовується джерело звичайного випромінювання. В СУ-2 мінімальний кут обернення складає – 42° , а максимальний – 140° .

Залежно від напрямку обернення площини поляризації, виробленого оптично-активною речовиною, розрізняють право- і лівообернення оптично-активних речовин. Кут обернення площини поляризації пропорційний довжині шляху, прохідного променем в активному середовищі, а також концентрації оптично-активного речовини, якщо ця речовина знаходиться в розчиненому стані.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. У п'ять конічних колб на 200 см^3 поміщають наважки сахарози ($m(\text{сах})$, г) приблизно 5, 10, 20, 30, 50 г, фіксують точні значення наважок та заносять до таблиці.

2. У першу колбу ваговим методом додають приблизно 95г води ($m(\text{H}_2\text{O})$, г), у другу 90г, у третю 80г, у четверту 70г, у п'яту 50г. Фіксують точні значення маси води та заносять до таблиці.

3. Для кожного розчину розраховують точні значення масової долі сахарози (ω , %) за формулою:

$$\omega = \frac{m(\text{сах})}{m(\text{сах}) + m(\text{H}_2\text{O})} 100$$

результати розрахунків заносять до таблиць.

4. Аналогічно готують п'ять розчинів глюкози та розраховують значення масової долі.

ХІД РОБОТИ

1. Заповнюють поляриметричну трубку найбільш розбавленим розчином сахарози. Попередньо ополіскують трубку досліджуваним розчином.

2. Проводять вимірювання величини кута обернення площини поляризації поляризованого світла (φ , $^\circ$).

3. Повторюють дослід з іншими розчинами кожен раз ополіскуючи поляриметричну трубку відповідним розчином.

4. Результати вимірювань заносять до таблиці:

$m(\text{сах})$, г					
$m(\text{H}_2\text{O})$, г					
Мас. доля (ω), %					
Кут обернення (φ), $^\circ$					

5. Повторюють дослід з розчинами глюкози.

$m(\text{гл}), \text{г}$					
$m(\text{H}_2\text{O}), \text{г}$					
Мас. доля (ω), %					
Кут обернення (φ), °					

6. За отриманими даними будують калібрувальні графіки в координатах $\varphi=f(\omega)$.

7. Проводять вимірювання величин кутів обертання площини поляризації поляризованого світла розчинів з невідомими концентраціями сахарози та глюкози $\varphi_x(\text{сах})$ та $\varphi_x(\text{гл})$.

8. За допомогою калібрувальних графіків визначають концентрації розчинів цукрів.

Контрольні питання.

1. Наведіть формулу розрахунку точного значення масової долі сахарози (ω , %) у поляриметричному методі (за допомогою цукрометра СУ-2).

2. Наведіть формулу розрахунку масової долі розчину моносахариду (ω , %) у харчових продуктах.

3. Вкажіть здатність хімічних сполук, на якій засновані перманганатометричні методи визначення вмісту цукрів у харчових продуктах.

4. Вкажіть назву приладу для визначення вмісту цукрів у харчових виробках поляриметричним методом.

5. Наведіть формулу розрахунку масової долі моносахаридів (ω , %) в харчовій продукції за допомогою іодометричного метода.

Лабораторна робота № 3

«Визначення вмісту білків у харчових продуктах»

Мета заняття: Ознайомитися з методами визначення білків у харчових продуктах.

План

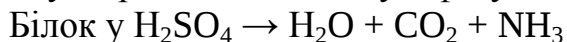
3.1 Визначення вмісту білків у харчових продуктах методом К'єльдаля

3.2. Визначення вмісту білків у харчових продуктах методом формольного титрування

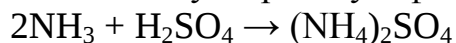
3.3. Визначення вмісту білків у харчових продуктах колориметричним методом

3.1 Визначення вмісту білків у харчових продуктах методом К'єльдаля

Метод К'ельдаля заснований на мінералізації органічної речовини аналізованої проби продукту концентрованою сірчаною кислотою в присутності каталізатора з утворенням амоній сульфату:



Амоніак з сульфатною кислотою утворює сульфат амонію:



Під впливом концентрованого розчину гідроксиду натрію із амоній сульфату виділяється амоніак:



У присутності надлишку розчину гідроксиду натрію амоніак переганяють у титрований розчин ортоборатної кислоти і за результатами титрування цього розчину, визначають масову частку загального азоту в масі наважки.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Приготування розчину ортоборатної кислоти масової концентрації 0,2 н. У мірну колбу місткістю 100 см³ поміщають 4 г ортоборатної кислоти.

2. Приготування змішаного індикатору. У мірну колбу місткістю 100 см³ поміщають 0,05 г метилового червоного і 0,025 г метиленового блакитного розчиняють у 25 см³ етилового спирту. Об'єм доводять до мітки.

3. Приготування розчину гідроксиду калію масової концентрації 560 г/дм³.

У фарфоровий стакан місткістю 100 см³ поміщають 56 г гідроксиду калію, розчиняють у 70 см³ дистильованої води, перемішують до повного розчинення гідроксиду калію, охолоджують до кімнатної температури і кількісно переносять в мірну колбу місткістю 100 см³. Об'єм розчину доводять дистильованою водою до мітки і перемішують.

4. Приготування каталізатору. У фарфоровій ступці змішують 0,5 г купрум (II) сульфату та 15 г калій сульфату ретельно розтирають і перемішують до отримання дрібнозернистого порошку.

5. Приготування 0,1 н розчину хлоридної кислоти та визначення її точної концентрації (C_n(HCl)) проводять так, як описано в ЛР 1.

ХІД РОБОТИ

1. 0,25–0,3 г подрібненого досліджуваного продукту (м'ясний фарш, сир, яєчний білок, або інший білковий продукт) поміщають у термостійку колбу на 250 см³ зі шліфом. Значення точних наважок заносять до таблиці.

2. До колби додають 2 г змішаного каталізатора і потім обережно доливають 10 см³ концентрованої сульфатної кислоти і 10 см³ 30%-ного розчину гідроген пероксиду.

3. Нагрівають пробу на піщаній бані при температурі (450–500)°С. В процесі нагрівання необхідно стежити, щоб рідина в колбі безперервно кипіла, і на стінках колби не залишалося чорних незгорілих частинок, змиваючи їх легкими круговими рухами. Час мокрого озолення різниться для різних продуктів і в середньому становить 2 – 3 год. Після того як рідина в колбі знебарвиться (допускається злегка зеленуватий відтінок), нагрів продовжують ще протягом 10 хв.

4. Після охолодження у колбу обережно додають 20–30 см³ води.

5. Збирають установку для перегонки, розміщуючи у насадці Вюрца крапельну воронку. У воронку поміщають 20 см³ розчину гідроксиду калію. У приймальну колбу поміщають 25 см³ розчину ортоборатної кислоти. Носик алонжа розташовують так, щоб його було занурено у розчин борної кислоти.

6. Поступово додають розчин гідроксиду калію у реакційну колбу. Миттєво після вливання всього розчину зачиняють кран воронки. Відгін продовжувати 10 хв, рахуючи з того моменту коли розчин ортоборатної кислоти стане зеленим. Носик алонжу витягають з розчину ортоборатної кислоти для запобігання втягування розчину до алонжу. Етап відгону займає від 40 хв до 1 год.

7. Вміст приймальні колби титрують розчином хлоридної кислоти до переходу забарвлення індикатора від зеленого до слабкого сіро-фіолетового фарбування (V), дм³. Результати титрування заносять до таблиці.

8. Паралельно титрують «холосту пробу» – 25 см³ розчину ортоборатної кислоти (V_0), дм³. Результати титрування заносять до таблиці.

9. Масову частку білка X ,%, в аналізованій пробі обчислюють за формулою:

$$X = \frac{(V - V_0) \times C_n(\text{HCl}) \times 14,0067 \times K \times 100}{m \times 1000}$$

де: V – об'єм розчину хлоридної кислоти молярної концентрації $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, витраченої на титрування випробуваного розчину, см³;

V_0 – об'єм розчину хлоридної кислоти молярної концентрації $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, витраченої на титрування контрольної пробі, см³;

$C_n(\text{HCl})$ – фактична молярна концентрація хлоридної кислоти, моль/дм³;

14,0067 – маса азоту, еквівалентна 1 дм³ розчину хлоридної кислоти молярної концентрації еквіваленту $C_n(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³;

K – коефіцієнт перерахунку масової частки загального азоту на масову частку загального білка;

100 – коефіцієнт перерахунку результатів в %;

m – маса аналізованої пробі, г;

1000 – коефіцієнт перерахунку см³ в дм³.

Коефіцієнт перерахунку масової частки азоту на масову частку білка (K) для молочних продуктів становить 6,38; для молокозмісних продуктів з заміном молочного жиру – 6,25; для молочної сироватки і продуктів на її основі – 6,28, для продуктів тваринного походження, картоплі та овочів коефіцієнт дорівнює – 6,25; ячменю, кукурудзи, гречки, квасолі – 6,00; пшениці, вівса, гороху – 5,68.

Назва продукту	$m, \text{г}$	$V, \text{см}^3$	$V_0, \text{см}^3$	K	$X, \%$
М'ясо					
Молоко					
Твердий сир					
Яйце					

3.2. Визначення вмісту білків у харчових продуктах методом формольного титрування

Метод формольного титрування заснований на зв'язуванні аміногруп білків за допомогою формальдегіду та подальшому визначенню вмісту карбоксильних груп кислот білків розчином гідроксиду натрію, кількість якого, витрачена на нейтралізацію, пропорційна масовій частці білка в молоці. Визначення проводять методом потенціометричного титрування розчином лугу до додавання формаліну і після. Порівняння результатів титрування дозволяє розрахувати вміст білка.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

Приготування розчину гідроксиду калію молярної концентрації 0,1 моль/дм³.

В мірну колбу місткістю 100 см³ поміщають 0,56 г КОН. Об'єм доводять дистильованою водою до мітки і перемішують. Точну концентрацію розчину встановлюють, як це описано в ЛР 1.

ХІД РОБОТИ

*(дослід раціонально проводити поки триває озолення матеріалу у попередньому досліді).

1. В стакан поміщають 20 см³ молока та стержень магнітної мішалки. Стакан встановлюють на магнітну мішалку, включають двигун мішалки та занурюють електроди рН-метру в молоко.

2. Бюретку на 25 см³ заповнюють розчином КОН.

3. Розчин гідроксиду калію з бюретки поступово додають у стакан при цьому починається нейтралізація. Після досягнення точки еквівалентності (рН=9) процес нейтралізації завершують, значення рН визначають за заздалегідь побудованому калібрувальному графіку (див. ЛР 2).

4. Визначають кількість розчину лугу, яка була витрачена на нейтралізацію молока, до внесення формальдегіду (V_1) результат заносять до таблиці.

5. Вносять у стакан 5 см³ формальдегіду.

6. Витримують розчин 2–3 хв. Та продовжують додавати розчин лугу з бюретки, знов до досягнення рН=9. Визначають загальну кількість розчину, яка була використана (V_2) результат заносять до таблиці.

7. Паралельно проводять контрольний дослід з титрування суміші, що складається з 20 см³ дистильованої води та 5 см³ розчину формальдегіду (V_0).

8. Масову частку білку X, % визначають за формулою:

$$X = (V_2 - V_1 - V_0) \times 0,96$$

де, V_2 – загальна кількість розчину, використана на нейтралізацію, см³;

V_1 – кількість розчину, використаного на нейтралізацію до внесення формальдегіду, см³;

V_0 – кількість розчину, використаного на контрольний дослід, см³;

0,96 – емпіричний коефіцієнт %/см³.

$V_2, \text{см}^3$	$V_1, \text{см}^3$	$V_0, \text{см}^3$	X, %

3.3. Визначення вмісту білків у харчових продуктах колориметричним методом

Колориметричний метод заснований на властивості білків молока при рН нижче ізоелектричної точки зв'язувати кислий барвник, утворюючи з ним нерозчинний осад, після видалення якого вимірюють оптичну густину вихідного розчину барвнику відносно отриманого розчину, яка зменшується пропорційно масовій частки білку.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Приготування буферного розчину. Зважують 3,95 г лимонної кислоти та 1,05 г ортофосфату натрію. Реактиви поміщують у колбу і додають 50 см³ води. Колбу нагрівають до 70°C. Далі вміст колби перемішують до повного розчинення речовин і охолоджують до температури 20°C.

2. Приготування розчину барвнику. Зважують 0,58 г. барвнику «Амідо чорний 10 Б» та поміщають його у колбу, додають 50 см³ води. Колбу нагрівають до 70°C, та перемішують до повного розчинення барвнику. Розчин фільтрують через паперовий фільтр в мірну колбу 250 см³.

В цю колбу переносять увесь буферний розчин. Вміст колби охолоджують до температури 20°C. Колбу доливають водою до мітки, закривають пробкою і перемішують її вміст. Розчин можна використовувати не раніш чим через 12 год.

ХІД РОБОТИ

1. В пробірку поміщають 1 см³ молока, додають 20 см³ розчину барвнику і перемішують.

2. Пробірку поміщають в центрифугу та включають її на частоту обертів 25 с⁻¹ (1500 об/мин) на 10 хв.

3. Відбирають 1 см³ надосадової рідини та поміщують в мірну колбу вмістом 50 см³ та доливають до мітки водою, вміст перемішують. Таким же чином потрібно розбавити розчин барвнику.

4. Вимірюють на фотоелектроколориметрі оптичну густину розбавленого розчину барвнику по відношенню до розбавленого вмісту мірної колби при довжині хвилі 590 нм у кювети товщиною 10 мм.

5. Масову долю білку X, %, рахують за формулою.

$$X = 7,78 \times D - 1,34$$

де: D –оптична густина, один. приладу;

7,78 – емпіричний коефіцієнт, %/ один. оптичної густини;

1,34 – емпіричний коефіцієнт, %.

Контрольні питання

1. Наведіть формулу розрахунку масової долі білку (на прикладі білків молока), X, % за допомогою колориметричного метода.

2. Наведіть формулу розрахунку масової долі білку X, %, у харчових продуктах методом формольного титрування.

3. Вкажіть властивість білків (наприклад, білків молока), на якій заснований колориметричний метод визначення вмісту білків у харчових

продуктах.

4. Вкажіть назву приладу для визначення масової долю білку (на прикладі білків молока) колориметричним методом.

5. Охарактеризуйте метод К'ельдаля, який використовують для визначення вмісту білків у харчових продуктах.

ЛІТЕРАТУРА

1. Методи контролю якості харчової продукції : навчальний посібник. Черевко О.І., Крайнюк Л.М., Касілова Л.О. – Суми : Університетська книга, 2019. – 512 с.

2. Забезпечення та хімічний контроль якості харчових продуктів : навч. посібник / Р.П. Влодарчик, І.М. Кобаса, М.М. Воробець та ін. – Чернівці : Чернівецький нац. ун-т, 2015. – 336 с.

3. Експрес-методи дослідження безпечності та якості харчових продуктів [Електронний ресурс] : навч. посібник / В.В. Євлаш, С.О. Самойленко, Н.О. Отрошко, І.А. Буряк – Харків : ХДУХТ, 2016. – 1 електрон. опт. диск (CD-ROM); 12 см. – Назва з тит. екрана

4. Хімічний та мікробіологічний аналіз харчової продукції : навч. посібник / І.М. Кобаса, Л.М. Чебан, М.М. Воробець та ін. – Чернівці : Чернівецький нац. ун-т, 2014. – 196 с.

5. Методи контролю якості харчової продукції : навч. посібник. Ч.1. Черевко О.І., Крайнюк Л.М., Касілова Л.О. – Харків : ХДУХТ, 2005. – 230 с.

6. Методи контролю якості харчової продукції : навч. посібник. Ч.2. Черевко О.І., Крайнюк Л.М., Касілова Л.О. – Харків : ХДУХТ, 2008. – 354 с.

7. Аналіз природних об'єктів і продуктів харчування: метод. рекомендації до лаб. робіт / уклад. : М.М. Воробець та ін. – Чернівці : Чернівец. нац. ун-т ім. Юрія Федьковича, 2019.– 56 с.

8. Волощук А.Г., Горлій А.С. Хімічний аналіз продуктів харчування : метод. рекомендації до лаб. робіт. – Чернівці: Чернівецький нац. ун-т, 2013.– 32 с.

9. Воробець М.М., Кобаса І.М., Сачко А.В. Методи контролю якості харчових продуктів. Ч. 1. : метод. рекомендації до лаб. робіт. – Чернівці : Чернівецький нац. ун-т, 2018.– 32 с.

10. Домарецький О.І., Златєв А.Я. Екологія харчових продуктів. – К. : “Здоров’я”, 2006. – 180 с.

11. Скоробагатий Я.П. Фізико-хімічні методи аналізу. – Львів : Каменяр, 2013. – 164 с.

Електронне навчальне видання комбінованого використання
Можна використовувати в локальному та мережному режимі

Цихановська Ірина Василівна
Лазарєва Тетяна Анатоліївна

ВПРОВАДЖЕННЯ СИСТЕМИ ХАССП У ВИРОБНИЦТВА ХАРЧОВОЇ ПРОДУКЦІЇ

Методичні вказівки
до лабораторних робіт для здобувачів вищої освіти другого
(магістерського) рівня денної форми здобуття освіти за
спеціальністю 015 «Професійна освіта (Аграрне виробництво,
переробка сільськогосподарської продукції та харчові технології)»

В авторській редакції

Підписано до розміщення 28.03.2025. Гарнітура Times New Roman.
Ум. друк. арк. 1,0. Обсяг 2,087 Мб. Зам. № 145/25.

Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна,
61022, м. Харків, майдан Свободи, 4.
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 3367 від 13.01.2009
Видавництво ХНУ імені В.Н. Каразіна