Лабораторная работа 1.3 Определение содержания влаги, сухого вещества, сухого обезжиренного молочного остатка СОМО и массовой доли жира в молоке МДЖ

Цель: изучить и освоить практически стандартный метод определе­ния содержания влаги и сухого вещества в молоке; теоретическое (расчёт­ное) определение содержания сухого вещества и СОМО с использованием формул; просмотр жировых шариков под микроскопом и определение их числа; определение массовой доли жира в молоке кислотным методом; определение на анализаторе молока СОМО, плотности и МДЖ.

Материалы и оборудование: весы лабораторные 2-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,001 г; шкаф сушильный электрический; эксикатор; бюксы стеклянные и металлические; пипетки 1 и 2 класса точности вместимостью 3; 5; 10; 10,77 см3; палочки стеклян­ные; микроскоп с увеличением в 300-500 раз; счётная камера Горяева; предметные и покровные стёкла; прибор нагревательный; баня водяная; сито с отверстиями 1-1,5 мм; жиромеры (бутирометры) стеклянные; проб­ки резиновые для жиромеров; дозаторы для отмеривания изоамилового спирта и серной кислоты вместимостью соответственно 1 и 10 см3; цен­трифуга для измерения массовой доли жира молока и молочных продук­тов с частотой вращения не менее 1000 с-1 и не более 1100 с 1; штатив для жиромеров; термометры ртутные стеклянные с диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления 0,5 и 1,0 °С; анализатор молока; песок промы­тый и прокаленный; марля.

Реактивы: кальций хлористый безводный, кислота соляная концен­трированная; кислота серная по ГОСТ 4204 или кислота серная техниче­ская по ГОСТ 2184; спирт изоамиловый технический, сорт А; вода дис­тиллированная; вода питьевая.

Методические указания по выполнению работы

Определение содержания влаги, сухого вещества и сухого обезжиренного остатка в молоке. ГОСТ 3626—73

Содержание сухого вещества, сухого обезжиренного молочного ос­татка молока можно определить лабораторным методом и расчётным пу­тём по формулам. Согласно ГОСТ 3626—73, содержание сухого вещества и сухого обезжиренного молочного остатка молока определяют путём вы­сушивания навески молока в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 102 ± 2 °С. При этом можно использовать высушивание на­вески молока с речным песком и ускоренный метод.

Определение содержания влаги, сухого вещества и СОМО в молоке с использованием речного песка

Подготовка к анализу: песок просеивают через сито с отверстия­ми диаметром 1-1,5 мм и отмучивают питьевой водой. Затем приливают со­ляной кислоты столько, чтобы песок был полностью покрыт ею. Перемеши­вают толстой сттеклянной палочкой, дают отстояться в течение 10 ч. Слив соляную кислоту , промывают песок сначала питьевой водой до нейтральной реакции (по лакмусовой бумажке), затем дистиллированной водой, а потом высушивают и прокаливают. Хранят песок в банке, плотно закрытой пробкой.

Проведение анализа: стеклянную бюксу с 20-30 г хорошо про­мытого и прокаленного песка и стеклянной палочкой, не выступающей за края бюксы, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 102 ± 2 °С в течение 30-40 мин. После этого бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с по­грешностью не более 0,001 г. В эту же бюксу пипеткой вносят 10 см3 мо­лока, закрывают крышкой немедленно взвешивают.

Содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой и от­крытую бюксу нагревают на водяной бане при частом перемешивании со­держимого до получения рассыпающейся массы. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильной/шкаф с температурой 102 ± 2 °С. По ис­течении 2 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают.

Последующие взвешивания производят после высушивания в течение

1. ч до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешива­ниями будет равна или менее 0,001 г. Если при одном из взвешиваний по­сле высушивания будет найдено увеличение массы, для расчётов прини­мают результаты предыдущего взвеЩивания.

Обработка результатов: массовую долю сухого вещества С, %, вычисляют по формуле

$$C=\frac{\left(m\_{1}-m\_{0}\right)100}{m-m\_{0}}\_{}$$

$m\_{1-}$масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской молока после высушивания, г.

то — касса бюксы с песком и стеклянной палочкой, г;

т —/ масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской молока до высушивания, г;

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,1%. За окончательный результат принимают среднее арифметиче­ское значение двух параллельных определений.

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

W = 100-C, где С — массовая доля сухого вещества, %.

Массовую долю сухого обезжиренного молочного остатка СОМО вычисляют по формуле,

СОМО = С-Ж,

где С—массоэйя доля сухого вещества, %;

Ж—массовая доля жира, %\

Ускоренный метод определения влаги, сухого вещества и СОМО

Подготовка к анализу: в металлическую бюксу укладывают 2-3 кружка марли, высушивают в сушильном шкафу, охлаждают, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, пипеткой вносят 3 см молока, равно­мерно распределяя его по всей поверхности марли, и, закрыв крышкой, взвешивают. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф при температуре 105 °С на 60 мин, после чего бюксу закрывают, ох­лаждают и взвешивают.

Высушивание и взвешивание продолжают через 20-30 мин до полу­чения разницы в массе между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,001 г.

Сухой остаток на поверхности марлевого кружка должен иметь рав­номерный светло-жёлтый цвет.

Обработка результатов: массовую долю сухого вещества, массо­вую долю влаги и массовую долю сухого обезжиренного молочного остатка вычисляют по тем же формулам, что приведены в предыдущем методе.

Расхождения между параллельными определениями должны быть не более 0,2%. За окончательный результат принимают среднее арифметиче­ское значение двух параллельных определений.

Пример. Масса бюксы с песком и палочкой без молока равна 30,05 г; масса бюксы с песком, папочкой и молоком до высушивания — 40,35 г; после высушивания — 31,33 г.

Содержание сухого вещества

*C=*$\frac{\left(31,33-30.05\right)100}{40,35-30,05}$*=12,43%*

Массовая доля влаги в молоке

W = 100-С = 100-12,43 = 87,57%.

Теоретическое(расчётное) определение

сухого вещества и СОМО по формулам

Для расчётов необходимо знать плотность молока и содержание в нём массовой доли жира Расчёт сухого вещества в молоке обычно проводят по формуле Фаррингтона, которая считается стандартной:

С = [(4,9Ж+°А)/4] + 0,5, где С — сухое вещество молока, %;

Ж — массовая доля жира в молоке, %;

°А — плотность в градусах ареометра.

Процентное содержание сухого обезжиренного молочного остатка вычисляется по формулам:

А)СОМО=Ж/5+°А/4+0,76

Б)СОМО=С-Ж

\

Пример. Массовая доля жира в молоке 3,8%, плотность 1029 кг/мэ. Рассчитать количество сухого вещества и сухого обезжиренного остатка в молоке, %:

С = [(4,9 • 3,8 + 29) / 4] + 0,5 = 12,4%;

СОМО=3,8/5+29/4+0,76=8,77%

СОМО=12,4-3,8=8,6

**Просмотр жировых шариков под микроскопом**

Просмотр жировых шариков проводят под микроскопом с окуляр- микрометром с увеличением 300-500 раз. В стаканчике смешать 5 см3 мо­лока и 25 см воды. Стеклянной палочкой перенести каплю разбавленного молока на предметное стекло и покрыть покровным стеклом. Препарат поместить на столик микроскопа и просмотреть.

**Определение числа жировых шариков**

Число жировых шариков определяют в счётной камере Горяева. Площадь квадратика равна 1,25 мм . Сетка разделена на 16 квадратиков. Подсчёт ведётся при увеличении в 120 раз (объектив 8, окуляр 15).

Счётные камеры и покровные стёкла промыть тёплой водой с мылом, ополоснуть несколько раз чистой водой и протереть чистой мягкой тканью.

Исследуемое молоко тщательно перемешать, избегая пенообразова- ния. В мерную колбу ёмкостью 250 см3 налить до половины дистиллиро­ванной воды, а затем 1 см молока. Содержимое колбы перемешать, дове­сти водой до метки и вновь перемешать. Из каждого образца молока готовят три разведения, а из каждого разведения — два препарата. Из каждой пробы молока должно получиться шесть препаратов.

Каплю разбавленного молока нанести на сетку камеры, осторожно покрыть её покровным стеклом и оставить в покое на 20 мин. Препарат поместить под объектив микроскопа и подсчитать число жировых шари­ков, находящихся в пяти квадратах, расположенных по диагонали (четыре по углам и один в центре сетки).

Площадь каждого квадратика равна 420 м$м^{2}$, глубина камеры- 0,1 мм, следовательно ,объем всех квадратиков составит

V= $\frac{0,1\*16}{400}$=0,004м$м^{3}$

Так как подсчитывают не в 16, а в 5 квадратиках, то из пяти отсчётов оп­ределяют среднее число шариков, находящихся в одном квадратике а, и ум­ножают эту величину на число всех квадратиков. В 16 кубических квадрати­ках число шариков будет 16а. Этот объём равен 0,004 мм3, значит, в 1 см3 разбавленного молока содержание жировых шариков составит 16а/0,004.

В 1 см3 молока (1000 мм3) будет содержаться (16а-1000)/0,004 жиро­вых шариков.

Если молоко разбавлено в 250 раз, то формула для вычисления числа жировых шариков N в 1 см3 молока имеет следующий вид:

N= $\frac{a\*16\*1000}{0,004}$ 250=a\*1000000000=a\*$10^{9}$

Пример. Среднее число жировых шариков в 1 квадратике равно 3,0. Число жировых шариков в 1 см молока составит 3 • 1000000000 = 3 • 109, или 3,0 млрд штук.

**Определение массовой доли жира в молоке.**

**Кислотный метод. ГОСТ 5867—90**

Для определения массовой доли жира в молоке необходимо выделить его в чистом виде, то есть освободить от белковых оболочек. В качестве растворителей белков применяют крепкие растворы различных кислот или щелочей. Стандартным методом определения массовой доли жира в молоке является кислотный (ГОСТ 5867—90). Поскольку используется серная кислота, то этот метод часто называют сернокислотным.

Проведение измерений: в два молочных жиромера (типов 1-6 или 1-7, рис. 4), стараясь не смочить горло, наливают дозатором по 10 см3 серной кислоты плотностью от 1810 до 1820 кг/м3 (если плотность выше указанной, необходимо добавить дистиллированную воду, пользуясь таб­лицей П1 приложения 3) и осторожно, чтобы жидкости не смешивались, добавляют пипеткой по 10,77 см молока, приложив кончик пипетки к гор­лу жиромера под углом.



Рис. 4. Последовательность определения содержания жира в молоке:

1. —заполнение дозатора кислотой; 2—уровень кислоты, при котором она выливается в жиромер; 5 — внесение в жиромер кислоты; 4 — внесение молока; 5 — внесение изоамилового спирта; 6 —- закрывание жиромера резиновой пробкой; 7 — жиромеры, установленные для перемешивания в штатив с металлической крышкой

Уровень молока в пипетке устанавливается по нижней точке мениска. Молоко из пипетки должно вытекать медленно. После опорожнения пи­петку отнимают от горловины жиромера не ранее чем через 3 с. Выдува­ние молока из пипетки не допускается. Дозатором добавляют в жиромер по 1 см3 изоамилового спирта (плотность 811-813 кг/м3). Уровень смеси в жиромере устанавливают на 1 -2 мм ниже основания горловины жиромера,! для чего разрешается добавить несколько капель дистиллированной водьм Жиромеры закрывают сухими пробками, вводя их немного более, чем на-4 половину, 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.

Затем жиромеры устанавливают в водяную баню пробкой вниз на 5 мин при температуре 65 ± 2 °С. Вынув из бани, жиромеры вставляют в стаканы центрифуги градуированной частью к центру (рис. 5). Жиромеры размещают симметрично, один против другого. При нечётном числе жи­ромеров в центрифугу помещают жиромер, наполненный водой вместо молока, серной кислотой и изоамиловым спиртом в том же соотношении, что и для анализа.



Рис. 5. Приводная центрифуга с электрообогревом

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

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.

Жиромеры вынимают по одному из водяной бани и быстро произво­дят отсчёт жира. При отсчёте 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 тёмно ­жёлтого цвета, различных примесей в столбике жира или размытой ниж­ней границы, измерение проводят повторно.

При определении массовой доли жира кислотным методом следует учитывать следующее:

* температура исследуемого молока и серной кислоты должна быть 20 ± 2 °С;
* не набирать пробу перемешанного молока выше отметки в пипетке^ на 1 см ;
* снаружи пипетку вытирать салфеткой;
* не касаться концом пипетки серной кислоты, так как в кончике пи­петки часть молока может свернуться и сгусток может мешать пол­ному вытеканию;
* остающу юся в кончике пипетки каплю молока не выдувают; уровень воды в бане должен быть несколько выше уровня столбика жира в жиромере;
* отсчёт жира следует производить быстро, чтобы содержимое не ох­ладилось;
* столбик жира должен быть прозрачный, светло-жёлтого цвета. Мутный! или темноокрашенный жир указывает на неправильное определение.

Определение массовой доли жира в молоке на анализаторе молока

Сернокислотный метод определения массовой доли жира в молоке длителен, трудоемок и небезопасен. В настоящее время за рубежом и в нашей стране разработаны приборы, позволяющие многократно повысить производительность труда. Кроме того, на одном и том же приборе можно одновременно определить плотность молока, массовую долю жира и белка, СОМО, температуру замерзания и другие показатели.

В РФ для анализа состава молока разработаны ультразвуковые приборы «Клевер-1М», «Лактан 1-4» в разном исполнении (табл. 5).

УЗ-метод контроля основан на измерении изменения скоростей ультразвуковых колебаний в зависимости от массовых долей жира, белка, СОМО и плотности молока. При измерении показателей практически не требуется специальной подготовки проб (кроме нагрева прибора). На результаты измерений не влияют размеры жировых шариков и мицелл белка, а после анализа проба пригодна для дальнейшего использования. Анализаторы на основе УЗ-метода компактны и просты в эксплуатации.

Технические характеристики аначизатора молока «Лактан 1-4»

|  |  |
| --- | --- |
| Наименованиехарактеристик | Измеряемый показатель качества |
| Массовая доля жира,% | массовая доля СОМО, % | массовая доля белка, % | плотность\*,кг/м |
| Диапазоныизмеренийизмерений | 0-9 | 6-12 | 0,5-4 | 1000…1080 |
| Пределы допустимых Погрешностей\*\*погрешностей\* \* | 0,1 | 0,2 | 0,17 | 0,5 |

Примечания:

\* — данные по плотности отображаются в сокращённом виде. На­пример, показания 27,32 нужно понимать как 1027,32 кг/м .

\*\* — дополнительная погрешность, возникающая при температу­рах пробы отличных от допустимого диапазона (менее 15 °С или более 30 °С) может составлять +100% от абсолютной ве­личины.

Напряжение питания переменного тока — 200-250 В,

Время измерения — 30-40 секунд;

Время прогрева анализатора перед измерениями — не более 10 минут;

Время непрерывной работы анализатора — 8 часов;

Потребляемая мощность — не более 200 В А;

Габаритные размеры анализатора — 180х310х 220 мм;

Масса анализатора — 6 кг;

Индикация результатов производится на дисплее в цифровой форме.

Внешний вид прибора показан на рисунке 6.



Рис. 6. Внешний вид анализатора молока Лактан 1-4:

1 — жидкокристаллический дисплей; 2 — паз для пробы;

3 — сетевой выключатель; 4 — принтер; 5 кнопки управления

Эксплутационные ограничения: рабочее место оборудуется в лабораторном помещении. Анализатор должен устанавливаться на горизон­тальной плоскости в условиях обеспечения естественной вентиляции. При­бор не должен подвергаться воздействию ударных и вибрационных нагру­зок, а также воздействию внешних электрических и магнитных полей.

Требования к измеряемым образцам: к анализу допускается свежее, консервированное, пастеризованное, нормализованное, восстановленное молоко и молоко длительного хранения. Проба не должна быть гомогенизированной. Рабочий объём анализируемой пробы молока 25 см3 кислотность не более 25 °Т, температура 15-30 °С.

Работа с анализатором: установите анализатор на горизонтальной плоскости, обеспечив удобство работы и условия естественной вентиляции. Выключатель «Сеть» должен находиться в положении «0». Подсоедините шнур питания к напряжению сети 220 В. Выключатель «Сеть» установите в положение «1». При включении анализатор издаёт короткий звуковой сигнал, и на экране появляется следующая информация:

LAKTAN - 703

V: 704-10 — версия программного обеспечения

N 7030 — заводской номер прибора

PRODUCT № 2 — текущий тип измеряемого продукта

Через 3 секунды информация о версии программного обеспечения и но­мере прибора исчезает, а во вторую строку выдаётся текущая дата и время:

LAKTAN-703

05/12/06 11:40

PRODUCT № 2

Примечание. Сообщения, выводимые анализатором на дисплей и на принтер,

выводятся на английском языке, поэтому далее по тексту будет приведен перевод на русский язык.

После включения прибор необходимо прогреть, оставив его включен­ным на 10 мин.

Методика измерения: после прогрева вы можете приступить к измерениям. Налейте не менее 10 см3 анализируемого молока в стаканчик (прилагаемый в комплекте). Установите стаканчик с пробой в держатели Для этого поверните его на 40° относительно вертикальной оси и, аккуратно введя в него концы пробозаборных трубок, поднимите вверх, установив донышко на стопоре. Запустите анализ нажатием на кнопку\* «PROBE». При этом начнётся закачка продукта, а на экране появится сообщение «MEASUREMENT» (измерение).

Продолжительность процесса измерения отражается на индикаторе в прямоугольнике, а вид анализируемого продукта в нижней строке:

MEASUREMENT

PRODUCT № 2

Измерение завершится, когда индикатор дойдёт до конца строки (не более чем через 40 секунд). При этом анализатор издаст сигнал, похожий на звон колокольчика, продукт будет выкачан из измерительного тракта, а на индикатор будут выведены измеренные параметры анализируемого продукта:

FAT: 3.74 05/12/06 SNF: 8.71

12:05:17 DEN: 29.2

Pr.№71 PRO: 2.95

В левой части экрана высвечивается дата и время анализа, а также по­рядковый номер пробы (за текущие сутки).

Если встроенный принтер заправлен бумагой, то результаты анализов будут продублированы на нём:

Probe № 71 Product № 2

FAT: 3.74 SNF: 8.71 DEN: 29.2 PRO: 2.95

05/12/06 12:05:17

Сокращения, используемые при выводе экран:

FAT массовая доля жира, %;

SNF — СОМО, %;

DEN — плотность, кг/м3;

PRO — массовая доля белка, %.

Если вы измеряете последовательно пробы, в которых содержание компонентов сильно отличается (больше чем на 0,5%), то, во избежание ошибок измерения, вызванных остатками молока предыдущей пробы на стенках измерительного тракта, рекомендуется произвести два анализа подряд (результат первого будет некорректен)

По окончании работы необходимо провести автоматическую промывку анализатора.

Автоматическая промывка: налейте в стаканчик 20 см3 дистиллированной воды, установите его в держатель и нажмите кнопку «STOP». На индикаторе появится сообщение «CLEANING» (промывка) Анализатор проведет 2 цикла закачки-выкачки, очистив этим измерительный тракт от остатков продуктов. После этого на индикаторе появится надпись «CLEANING IS FINISHED» (промывка завершена).