Тема: Определение процента жира в молоке

План занятий:

1. Определение массовой доли жира в молоке
2. Техника безопасности при работе с серной кислотой

Определение массовой доли жира в молоке необходимо для:

а) оценки продуктивности животного;

б) установления питательной ценности и стоимости молока;

в) при расчете выходов молочных продуктов с высокой концентрацией жира (сливки, сметана, сливочное масло) на молочном заводе;

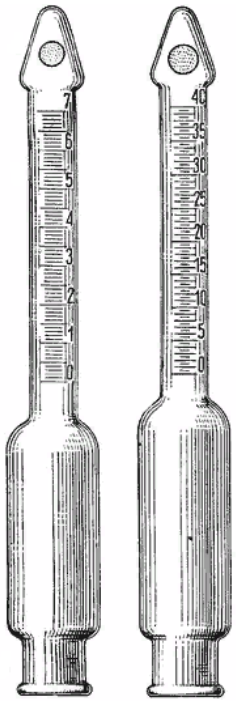
г) выявления фальсификации.

Содержание жира в молоке определяют кислотным методом (ГОСТ 5867). Сущность метода заключается в том, что в результате действия серной кислоты казеиново-кальциевый комплекс молока [$NH_2R(COO)_6Ca_3$] переходит в растворимое двойное соединение казеина с серной кислотой [H_3SO_4 - $NH_2R(COOH)_6$]:

$$NH_2R(COO)_6Ca_3 + 3H_2SO_4 \rightarrow NH_2R(COOH)_6 + CaSO_4,$$

$$NH_2R(COOH)_6 + H_2SO_4 \rightarrow H_2SO_4 - NH_2R(COOH)_6.$$

В результате добавления изоамилового спирта понижается поверхностное натяжение жировых шариков, с поверхности жировых шариков удаляется белковая оболочка. Реакция ускоряется подогреванием и центрифугированием. После центрифугирования жир выделяется в виде сплошного прозрачного слоя в шкале жиромера, и объем его измеряют в градуированной части жиромера (битирометра).



Бутир
(жиро.
молока и сливок

Техника определения. В чистый сухойжиромер, стараясь не смачивать горлышко, наливают прибором «клювик» 10 $см^3$ серной кислоты плотностью 1810-1820 $кг/м^3$ и осторожно, чтобы жидкости не смешивались, добавляют пипеткой 10,77 $см^3$ молока (уровень молока в пипетке устанавливают по нижнему мениску). Наклонив пипетку под углом и приложив ее к внутренней стенке горлышка жиромера, дают медленно стечь молоку. При стекании молоко должно не смешиваться с кислотой, а наслаиваться на нее. После того как из пипетки вытечет последняя капля молока, выдерживают 3 с, не отнимая пипетку от жиромера. Выдувание молока из пипетки не допускается. Далее приливают 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.

Жиромер закрывают сухой пробкой, вводя ее немного больше, чем наполовину, в горлышко жиромера. Затем жиромер встряхивают до полного

растворения белковых веществ, перевертывая 4-5 раз так, чтобы жидкости полностью перемешались, после чего жиромер ставят пробкой вниз на 5 мин на водяную баню (температура воды в бане 65 ± 2°С). Вынув жиромеры из водяной бани, их вставляют в патроны (стаканы) центрифуги узкой частью к центру, располагая их симметрично так, чтобы один жиромер находился против другого. В случае нечетного числа жиромеров в центрифугу помещают жиромер наполненный водой.

Закрыв крышкой центрифугу, центрифугируют 5 мин со скоростью не менее 1000 об/мин. Затем жиромеры вынимают из центрифуги и помещают пробками вниз в водяную баню. Уровень воды в бане должен быть несколько выше столбика жира в жиромере, температура воды 65 ± 2°С. Через 5 мин жиромеры вынимают и быстро производят отсчет жира.

При отсчете жира жиромер держат вертикально, граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки устанавливают нижнюю границу столбика жира на целом делении шкалы жиромера и от него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира. Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира — прозрачным. При наличии кольца (пробки) буроватого или темно-желтого цвета, а также различных примесей в жировом столбике анализ проводят повторно.

При анализе гомогенизированного, а также восстановленного молока определение содержания жира в нем производят, применяя трехкратное центрифугирование и нагревание между каждым центрифугированием на водяной бане при температуре 65±2°С в течение 5 мин. При использовании центрифуги с подогревом жиромера допускается проведение одного центрифугирования в течение 15 мин с последующей выдержкой жиромеров на водяной бане при температуре 65 ± 2°С в течение 5 мин.

Показание жиромера соответствует содержанию жира в молоке в процентах. Объем 10 малых делений шкалы соответствует 1% жира в продукте.

Отсчет жира проводят с точностью до одного малого деяния шкалы. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,1% жира. За окончательный результат принимается среднее арифметическое двух параллельных определений.

При работе с серной кислотой проявлять особую осторожность и соблюдать следующие правила:

а) наполнять жиромер следует в строго указанной последовательности: кислота – молоко – спирт. Если в жиромер влить сначала молоко, а потом серную кислоту, то в узкой части прибора образуется пробка свернувшихся белков и анализ придается повторить. Если же смешать спирт с кислотой, то образуется ряд нерастворимых соединений, искажающих результат анализа;

б) поскольку смешивание крепкой кислоты и молока приводит к сильному нагреванию жидкости, жиромер следует предварительно укрепить в штативе и заполнять кислотой только над кюветами;

в) если при заполнении жиромера горлышко оказалось смоченным серной кислотой, то для нейтрализации кислоты пробку с поверхности надо покрыть мелом (продольными штрихами) и только после этого закрыть жиромер пробкой;

г) содержимое жиромера встряхивать только при закрытой пробке. Предварительно завернув его в полотенце или тряпку. При этом отверстие жиромера направлять в сторону от себя и окружающих;

д) после окончания определения жира содержимое жиромера тщательно перемешать и вылить в еще теплом состоянии в специально предназначенные склянки с этикетками (**но не в раковину!);**

е) в случае попадания кислоты на кожу немедленно промыть пораженное место водой, а затем 3 % раствором двууглекислой соды.

Определение качества и плотности серной кислоты

Серная кислота, применяемая при определении жира в молоке, должна быть прозрачной и не содержать примесей. Допускается слабое окрашивание ее в буроватый цвет. Для проверки ее качества в жиромер налить 11 мл исследуемой кислоты и 11 мл воды. Жиромер закрыть пробкой, взболтать содержимое и центрифугировать 5 мин, при 100 об/мин. Затем выдержать 5 мин жиромер в воде при (65±2)°С после чего повторить чего повторить центрифугирование. Если при этом на поверхности смеси в узкой части жиромера не выделится жироподобной слой, кислота пригодна для работы. Плотность серной кислоты определяется ареометром, имеющим шкалу с делениями от 1,40 до 1,85. При отсутствии ареометра плотность кислоты можно определить весовым способом, а именно: на технохимических весах отвесить с точностью до 0,01 г чистую сухую мерную колбу определенной емкости (от 50 до 100 мл), заполнить ее до метки дистиллированной водой при 20°С и снова взвесить. Вылить воду, колбу ополоснуть проверяемой кислотой, заполнить кислотой до метки также при 20°С и взвесить. Рассчитать плотность кислоты по формуле:

$$П = \frac{в - а}{б - а} \times 0{,}999823,$$

Где:

а - вес чистой сухой колбы, г;

б - вес колбы с водой, г;

в - вес колбы с серной кислотой, г;

П - плотность кислоты при 20°, г/см^3;

0,999823- постоянная величина.

Чтобы получить серную кислоту нужной концентрации, можно воспользоваться таблицей.

Таблица - Разведение серной кислоты

Плотность разбавляемой кислоты, г/см^3	Количество мл воды, требующейся на 1 л кислоты плотностью 1,82, г/см^3

1,840	113
1,837	85
1,835	69
1,831	46
1,825	19

Разбавлять серную кислоту водой нужно очень осторожно, в тонкостенной стеклянной посуде, так как соединение воды с кислотой сопровождается выделением тепла, и посуда из толстого стекла, может лопнуть. При разбавлении нужно кислоту осторожно по стенке сосуда вливать небольшими порциями в воду **(нельзя вливать воду в кислоту)**, перемешивая содержимое колбы кругообразными движениями. В стакане смесь размешивают стеклянной палочкой.

Определение качества и плотности изоамилового спирта

В изоамиловом спирте не должно быть посторонних примесей. Для проверки его качества в жиромере налить 10 мл серной кислоты плотностью от 1,81 до 1,82 г/см^3, 10,77 мл воды и 1 мл проверяемого изоамилового спирта. Жиромер закрыть резиновой пробкой, хорошо взболтать и оставить в штативе на 24 часа для отстаивания. Если на поверхности жидкости в жиромере не выделиться маслянистый слой, то спирт пригоден для анализа.

Возможен иной способ проверки качества спирта - определить содержание жира в молоке с заведомо годным спиртом и проверяемым. Если результаты отсчета совпадают, то спирт пригоден для анализа. Разница в определении допускается ±0,05 деления шкалы жиромера. Плотность спирта определяется ареометром (для жидкостей плотностью менее 1,0 г/см^3).

Материальное обеспечение занятия.

Образцы молока. Жиромеры молочные и сливочные, двуконусные резиновые пробки, химические стаканы на 100 мл, пипетки на 5 мл и 10,77 мл, автоматы на 5 и 10 мл, технохимические весы и разновесы, водяная баня с термометром, штатив для жиромеров, песочные часы на 5 мин., центрифуга, салфетки, защитные очки. Серная кислота плотностью 1,81-1,82, изоамиловый спирт, дистиллированная вода. Микроскопы, предметные, покровные стекла, стаканчик на 50 мл, стеклянная палочка, пипетка на 5 мл, мерный цилиндр на 100 мл.

Контрольные вопросы:

1. Цель определения массовой доли жира в молоке
2. Сущность кислотного метода определения массовой доли жира в молоке
3. От чего зависит точность результатов исследований