

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ – УЧЕБНО-НАУЧНО-
ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ КОМПЛЕКС»

Г.А. Осипова, С.Я. Корячкина, Н.А. Березина

**МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ,
ПОЛУФАБРИКАТОВ И МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ**

Рекомендовано редакционно-издательским советом
ФГБОУ ВПО «Госуниверситет – УНПК»
в качестве учебного пособия

Орел 2013

УДК 664.69-021.465(075)

ББК 36.83я7

О-74

Рецензенты:

Кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология хлебопекарного, кондитерского и макаронного производства» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Государственный университет - учебно-научно-производственный комплекс»

Е.В. Хмелева

Кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология, организация и гигиена питания» государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Орловский государственный институт экономики и торговли»

О.Л. Ладнова

О-74 Осипова, Г.А. Методы контроля качества сырья, полуфабрикатов и макаронных изделий: учебное пособие. Ч. 1. / Г.А. Осипова, С.Я. Корячкина, Н.А. Березина. – Орел: ФГБОУ ВПО «Госуниверситет – УНПК», 2013. - 130 с.

ISBN 978-5-93922-571-4

Приведены методы контроля качества основного сырья, применяемого в макаронном производстве. Рассмотрены методы оценки органолептических, физико-химических свойств пшеничной муки в соответствии с нормативными документами, а также некоторые специальные методы, применяемые в научно-исследовательских работах.

Для специалистов макаронной промышленности, аспирантов и студентов.

УДК 664.69-021.465(075)

ББК 36.83я7

ISBN 978-5-93922-571-4

©ФГБОУ ВПО «Госуниверситет - УНПК», 2013
© Осипова Г.А., Корячкина С.Я., Березина Н.А., 2013

Содержание

Введение	5
Глава 1 Организация работы в производственной лаборатории макаронного предприятия.....	6
1.1 Требования, предъявляемые к производственной лаборатории.....	6
1.2 Функции лаборатории.....	8
1.3 Лабораторный контроль.....	9
1.4 Изучение и совершенствование производства.....	11
1.5 Контроль технологического процесса производства.....	11
1.6 Оборудование лабораторий.....	12
1.7 Порядок ведения лабораторной документации и учет материальных ценностей.....	15
1.8 Виды работ, осуществляемых в лаборатории.....	17
1.8.1 Лабораторная посуда. Мытье и сушка.....	17
1.8.2 Приготовление растворов.....	23
1.8.3 Фильтры и фильтрование.....	29
1.8.4. Освобождение едких щелочей от углекислых солей наиболее доступными способами.....	31
1.8.5. Приготовление воды, свободной от углекислоты.....	32
1.8.6 Установка титра раствора.....	32
1.8.7 Получение точно дециномального раствора едкой щелочи.....	33
1.8.8 Перекристаллизация янтарной кислоты.....	34
1.8.9 Перекристаллизация щавелевой кислоты.....	35
1.8.10 Взвешивание.....	35
1.8.11 Проверка и клеймение измерительных приборов и мер объема.....	36
1.9 Правила техники безопасности.....	37
1.10 Первая помощь при несчастных случаях в лаборатории...	39
Глава 2 Методы контроля качества основного сырья.....	40
2.1 Определение органолептических показателей качества пшеничной муки.....	48
2.1.1 Определение цвета, запаха, вкуса, хруста муки.....	48
2.1.2 Определение зараженности и загрязненности вредителями хлебных запасов.....	49
2.1.3 Определение количества темных вкраплений.....	50
2.1.4 Определение способности муки к потемнению.....	51

2.1.5 Определение содержания металломагнитной примеси....	52
2.2 Определение физико-химических показателей качества муки.....	54
2.2.1 Определение массовой доли влаги.....	54
2.2.2 Определение массовой доли золы.....	58
2.2.3 Определение белизны муки.....	62
2.2.4 Определение крупности помола.....	69
2.2.5 Определение гранулометрического состава муки.....	70
2.2.6 Определение массовой доли сырой клейковины.....	71
2.2.7 Определение качества сырой клейковины.....	84
2.2.8 Определение содержания сухой клейковины.....	94
2.2.9 Определение влажности и влагоёмкости сырой клейковины.....	94
2.2.10 Определение водопоглотительной способности муки...	95
2.2.11 Оценка качества крахмала пшеничной муки.....	97
2.3 Специальные методы исследования качества пшеничной муки.....	108
2.3.1 Определение титруемой кислотности муки.....	108
2.3.2 Определение активности протеолитических ферментов муки.....	110
2.3.3 Определение наличия α -амилазы в пшеничной муке.....	111
2.3.4 Определение активности α -амилазы в зерне	112
2.3.5 Определение активности липоксигеназы муки.....	119
2.3.6 Определение массовой доли белка в муке.....	120
Библиографический список литературы.....	127
Нормативные ссылки.....	127

Введение

Настоящее учебное пособие разработано для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности 260202 «Технология хлеба, кондитерских и макаронных изделий», а также для бакалавров техники и технологии и магистров направления подготовки направления подготовки 260100 «Производство продуктов питания из растительного сырья», однако может быть использовано как практическое руководство руководителями и технологами макаронных предприятий, менеджерами и технологами фирм и компаний, связанных с производством и реализацией основного и дополнительного сырья, ингредиентов, обогащающих добавок и оборудования для макаронной отрасли.

В основу первой части учебного пособия положены стандартные и общепринятые методы контроля качества основного сырья макаронного производства – муки пшеничной, полученной помолом зерна твердой, мягкой высокостекловидной и мягкой пшеницы, а также организация работы лаборатории с учетом норм технологического проектирования.

Данное учебное пособие представляет единое целое с теоретическим курсом по специальным предметам и является важной составной частью учебной программы по подготовке квалифицированных специалистов для пищевой промышленности.

ГЛАВА 1 ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОТЫ ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ ЛАБОРАТОРИИ МАКАРОННОГО ПРЕДПРИЯТИЯ

1.1 *Требования, предъявляемые к производственной лаборатории*

На каждом макаронном предприятии должен осуществляться непрерывный и действенный контроль за соблюдением установленной технологии на всех стадиях производства, за качеством готовой продукции, а также сырья, материалов и тары, поступающих на предприятие. Этот контроль ведется отделом технического контроля (ОТК) и лабораторией предприятия.

На предприятиях, где отсутствуют самостоятельные отделы технического контроля, все функции ОТК осуществляются производственной лабораторией, а права, обязанности и ответственность начальника ОТК возлагаются на заведующего производственной лабораторией (главного химика) предприятия.

Производственная лаборатория является самостоятельным структурным подразделением предприятия. Она создается и ликвидируется приказом директора предприятия. Производственная лаборатория подчиняется непосредственно техническому директору предприятия. Возглавляет производственную лабораторию начальник производственной лаборатории, назначаемый на должность приказом директора предприятия по представлению технического директора.

Задачами производственной лаборатории являются: ведение технохимического учета производства на основании данных анализов по утвержденным формам учета, отчетности и инструкциям; ведение лабораторных журналов и контроль за правильным ведением журналов цехового технохимического учета производства; составление совместно с производственным (технологическим) отделом технохимической отчетности предприятия в установленном порядке на основании данных лаборатории и материального учета производства; участие в разработке мероприятий по устранению недостатков, выявленных в результате анализа работы предприятия с учетом материалов технохимической отчетности.

Задачами производственной лаборатории в области научно-исследовательских и экспериментальных работ являются: лабораторное изучение и экспериментальная проверка в цехах предприятия отдельных вопросов по совершенствованию технологических

процессов и участие во внедрении прогрессивных технологий; участие в освоении и внедрении в производство новых видов сырья, материалов, новых видов продукции и технологического оборудования; участие в пересмотре норм расхода сырья, материалов, тары, потерь и отходов; участие в пересмотре действующих и разработке новых стандартов, технических условий на сырье, полуфабрикаты, готовую продукцию и тару.

Осуществляемый производственной лабораторией контроль за качеством вырабатываемой продукции и соблюдением технологических инструкций не освобождает начальников цехов, отделов и участков, сменных инженеров, мастеров и бригадиров предприятия от ответственности за выпуск недоброкачественной или не соответствующей стандартам или техническим условиям и рецептограмм продукции, за нарушение технологии производства на руководимых ими участках производства.

Для осуществления контроля производственная лаборатория должна располагать необходимым помещением и оборудованием.

Удобство помещения лаборатории и рабочих мест, наличие и рациональное расположение оборудования имеют большое значение для правильной организации технохимического контроля.

Площадь производственных лабораторий следует принимать в зависимости от мощности предприятия. Для макаронных цехов, проектируемых в составе хлебозаводов или других предприятий, самостоятельные лаборатории проектировать не следует. Ориентировочные площади лабораторий приведены в таблице 1 [1].

Таблица 1
Ориентировочные площади лабораторий макаронных предприятий

Мощность предприятий, тыс. т в год	Ориентировочная площадь лаборатории, м ²	Число комнат
до 10	12 - 18	1
свыше 10 до 20	30 - 40	2
свыше 20	40 - 50	2 - 3

Устройство лаборатории должно соответствовать санитарным нормам проектирования промышленных предприятий.

Помещение лаборатории оборудуется рабочими лабораторными столами, столами для приборов и весов, вытяжным шкафом,

снабженным естественной или искусственной вытяжкой, шкафами для хранения посуды, реактивов и приборов. Потребность лаборатории в оборудовании зависит от объема работы, который определяется мощностью предприятия, ассортиментом вырабатываемых изделий, а также характером научно-исследовательских работ, проводимых производственной лабораторией.

Стены в помещении лаборатории должны быть окрашены в светлые тона и на высоту не менее 1,75 м от пола облицованы плиткой. Полы рекомендуется покрывать линолеумом. К приборам и оборудованию должно быть подведено питание от сети переменного тока напряжением 220/380 В. Давление воды в кранах должно быть не менее 24,5 Па.

1.2 Функции лаборатории

Всю работу лаборатория строит в соответствии с утвержденным на предприятии Положением о производственной лаборатории. Производственная лаборатория выполняет следующие основные функции [2]:

1) проведение научно-исследовательских и экспериментальных работ. Организация научно-исследовательских и экспериментальных работ в соответствии с перспективами развития и научно-технической политикой предприятия. Проведение научно-исследовательских работ по освоению новых видов изделий, применению новых материалов в проектируемых видах продукции, экономному расходованию материально-сырьевых ресурсов. Разработка предложений по технологическим изменениям конструкций изделий. Организация лабораторного контроля качества поступающих в производство сырья, материалов, полуфабрикатов, а также готовой продукции с целью определения соответствия их действующим производственным стандартам и техническим условиям, экологическим стандартам. Анализ и систематизация полученных данных, ведение лабораторных журналов. Заключение договоров на выполнение работ со сторонними организациями. Исследование причин возникновения брака. Организация консультаций по решению отдельных профилактических вопросов. Экономическое обоснование необходимости обновления парка оборудования производственной лаборатории;

2) внедрение в производство прогрессивных технологий. Разработка методик и инструкций по текущему контролю производства, в том числе по экспресс-анализам на рабочих местах. Разработка тематических планов научно-исследовательских работ. Разработка новых методов определения качества продукции, оценки качества материалов. Проведение экспериментов по заявкам структурных подразделений предприятия. Составление заявок соответствующим структурным подразделениям предприятия на материалы и комплектующие изделия. Координация деятельности между структурными подразделениями отдела;

3) контроль технологической дисциплины. Контроль состояния и работы контрольно-измерительной аппаратуры, представление ее на периодическую государственную поверку. Обеспечение контроля технологической дисциплины в цехах. Осуществление контроля соблюдения технологии обслуживания оборудования. Контроль соблюдения условий хранения ремонтных и расходных материалов.

4 Экономия средств предприятия за счет рационализации работы всех структурных подразделений производственной лаборатории. Участие в общем планировании деятельности предприятия. Участие в аттестации и сертификации продукции предприятия. Организация взаимодействия с научно-исследовательскими институтами, организациями. Изучение зарубежного и отечественного опыта научно-исследовательской и экспериментаторской деятельности.

1.3 Лабораторный контроль

Лабораторный контроль включает анализ основного и дополнительного сырья, поступающего на производство; анализ готовой продукции; бактериологический анализ и текущую технологическую работу.

Анализ основного и дополнительного сырья. Все основное и дополнительное сырье предприятие принимает по сопровождающим качественным документам. Документы о качестве передаются в лабораторию. Лаборатория проводит проверку качества сырья по данным документов и нормам, установленным стандартами на данный вид сырья.

Анализ основного и дополнительно сырья производится по методам, предусмотренным действующими стандартами, техническими условиями (ТУ) или утвержденными инструкциями.

При наличии расхождений в данных анализа лаборатория организует комиссию с участием представителей поставщика и контрольных организаций. Акты о результатах совместной проверки лаборатория передает руководству предприятия для предъявления претензии поставщикам в соответствии с основными условиями поставки, включая в необходимых случаях возврат поставщику недоброкачественного сырья.

Анализ готовых изделий. Анализ готовых изделий производится в соответствии со стандартами, ТУ и рецептами один раз в смену или сутки от всех трех смен с целью оценки качества продукции, а также последующего контроля за соблюдением и регулированием технологического режима на производстве.

Производственно-технологическая работа, текущая технологическая работа. На основании технологического плана предприятия, принятой схемы ведения технологического процесса лаборатория:

- осуществляет разработку технологического режима приготовления всех сортов изделий и устанавливает основные показатели технологического процесса;
- устанавливает порядок расходования муки;
- устанавливает производственные рецептуры и режимы приготовления изделий с указанием дозировки муки, воды и дополнительного сырья; влажности теста; температурного режима; длительности сушки;
- производит расчет количества сырья в зависимости от ежедневного задания на выработку продукции производству;
- уточняет нормы выхода изделий, технологических затрат и потерь;
- совместно с отделом главного механика осуществляет выборочный контроль работы дозировочной аппаратуры (автовесов, водомерных бачков, дозаторов подсобного сырья и т.д.);
- производит проверку правильности работы контролеров (бракеров) при отбраковке изделий и использования балльной оценки там, где отсутствует ОТК.

1.4 Изучение и совершенствование производства

С целью систематического улучшения качества и ассортимента вырабатываемых изделий лаборатория:

- выявляет причины возникновения недоброкачественных изделий, разрабатывает мероприятия по их предотвращению и устранению;
- разрабатывает и внедряет новые передовые технологические схемы с учетом опыта работы других предприятий;
- принимает активное участие во внедрении передовых методов труда;
- участвует во внедрении и освоении нового технологического оборудования;
- разрабатывает и внедряет новые методы анализа сырья, полуфабрикатов и готовых изделий. Разработанные лабораторией новые методы анализа, взамен предусмотренных стандартами и ТУ, направляются на утверждение в вышестоящие инстанции в установленном порядке.

1.5 Контроль технологического процесса производства

В целях проверки правильности соблюдения производством установленных рецептур и технологического режима производства лаборатория выборочно производит контроль всего процесса по следующей схеме:

- условия складирования и хранения основного и дополнительного сырья;
- выполнение установленного порядка расходования количества муки;
- подготовка сырья к пуску в производство и плотность растворов;
- выполнение производственной рецептуры (дозировка муки, воды, растворов и другого сырья);
- соблюдение технологического режима приготовления теста (влажность, температура, продолжительность замеса);
- режимы сушки изделий (температура, продолжительность);
- качество готовой продукции, вырабатываемой бригадой (сменой), для проверки правильности ведения технологического процесса и изменения его в случае необходимости.

1.6 Оборудование лабораторий

Для выполнения технохимического контроля лаборатория макаронного предприятия должна иметь оборудование, стеклянные приборы, лабораторный инвентарь и посуду, обеспечивающие выполнение всех анализов, производимых производственной лабораторией.

По нормам технологического проектирования макаронных предприятий [2] перечень мебели для лабораторий приведен в таблице 2, перечень оборудования, посуды, инвентаря производственных лабораторий приведен в таблице 3.

Таблица 2
Ориентировочный перечень мебели производственных лабораторий макаронных предприятий

Наименование мебели	Количество для предприятий, мощностью, тыс. т в год		
	до 10	свыше 10 до 20	свыше 20
Шкаф вытяжной химический типа ШВ-2,3 1800×800×2850	1	1	1
Стол лабораторный химический пристенный типа СТХ-2 1200×800×1800	1	1	1
Стол для аналитических весов типа СВ-2 900×600×900	1	1	1
Стол лабораторный физический пристенный типа СТФ-2 1200×800×1800	1	1	1
Шкаф для хранения реактивов типа КДЛ 423-15 886×458×1888	1	1	2
Стол письменный 1300×650×900	1	1	1
Стол на кронштейнах для технических весов	1	2	3
Шкаф для книг	1	1	1

Таблица 3

*Перечень оборудования, посуды, инвентаря
производственных лабораторий*

Наименование оборудования	Техническая характеристика	Количество для предприятий мощностью тыс. т в год		
		5-10	10-20	20-30
1	2	3	4	5
Весы аналитические с разновесами	типа АДВ-200 (предельная нагрузка 200 г)	1	1	1
Весы технические типа	ВЛТ-1КИ, Т-2 (1 класса)	1	2	3
Разновесы технические	от 50 г до 10 кг	1	2	2
Весы настольные циферблатные	типа ВНЦ-10, ВНЦ-2	1	2	2
Весы настольные циферблатные	типа РН-10Ц-13У	1	1	2
Печь муфельная типа	МП-2М, МП-8 (максимальная рабочая температура 1000 °С)	1	1	1
Шкаф электрический сушильный типа	СЭШ-3 СЭШ-1	1	2	3
Аппарат для получения дистиллированной воды (дистиллятор)	типа Д-1, Д-4, модель 737	1	1	2
Прибор для определения влажности теста и готовых изделий	типа ВЧМ	1	1	1
Реле времени различных типов		1	1	1
Сетевой источник постоянного тока		1	1	1
Выпрямитель-стабилизатор		1	1	1
Термостат воздушный сухоэлектрический	типа 2Ц-450	1	1	1
Рассев Журавлева	-	1	1	1
Рассевок лабораторный	типа РЛ-48	1	1	1
Кофемолка или измельчитель лабораторный	типа АГ-3	1	1	1

Продолжение таблицы 3

1	2	3	4	5
Мельничка лабораторная типа	МУЛ	1	1	1
Измеритель деформации клейковины	типа ИДК-1	-	1	1
Реостат сетевой	типа РСП-2	1	1	1
Приспособление для формования клейковины	типа У1-УФК	1	1	1
Фотомер для определения цвета муки	типа ФМШ-56М ФПМ-1	-	1	1
Прибор для определения прочности макарон	конструкции Строганова	1	1	1
Термограф типа	М-16	2	3	5
Гигрограф типа	М-21	3	3	5
Лупа коническая типа	МИ-2,4	1	2	2
Ареометры	Плотность 1	1	2	2
Барометр		1	1	1
Термометры технические прямые	пределы шкалы, °C:			
	0-50	5	10	15
	0-100	5	10	15
	0-200	2	3	3
	0-500	2	3	3
Термометры ртутные химические	0-100, 0-250	5	10	15
Термометры контактные		5	10	15
Психрометр бытовой с ртутными стеклянными термометрами	типа ПБ-16	5	10	15
Магнит подковообразный	Мельничного типа	2	4	5
Баня водяная различных типов	-	1	1	1
Баня песочная	-	1	1	1
Биксы алюминиевые	-	15	45	60
Щупы мешочные никелированные	Длина 25 см	2	3	5
Щипцы тигельные		1	2	3
Тигли фарфоровые		10	15	25
Набор сверл для пробок	-	1	1	1
Штативы разные	-	5	8	10

Продолжение таблицы 3

1	2	3	4	5
Эмалированная и алюминиевая посуда различной емкости	-	2	3	5
Плитка электрическая	-	2	3	3
Трубы каучуковые, метровые		10	20	25
Сито лабораторное металлотканое в обечайке	типа ЛСМ-200 (диаметр отв. 1 мм)	1	2	4
Сито лабораторное шелковое мучное в обечайке	типа ЛСШ-200 /набор/ № 21, 23, 25, 27, 29, 32, 34, 38, 36	1	1	2
Сито для отмывания клейковины	Шелковое мучное	2	2	3

1.7 Порядок ведения лабораторной документации и учет материальных ценностей

Результаты проводимого лабораториями хлебопекарных предприятий технохимического контроля фиксируются в лабораторных журналах по установленной форме.

Утвержденные формы лабораторных журналов распространяются на все предприятия макаронной промышленности, имеющие производственные лаборатории.

Графы журналов заполняются полностью или частично в соответствии с объемом работы, определенным положением о лаборатории.

Все данные записываются чернилами четко и без исправлений.

Результаты каждого анализа, записанные в журнал, должны быть подписаны лицом, выполнившим анализ, проверены и подписаны заведующим лабораторией.

В журналах, как в текстовой части, так и в цифровых данных недопустимы помарки и подчистки. Исправления в журналах производятся путем зачеркивания неправильного текста или цифровых данных и подтверждаются подписью лица, внесшего исправления. Срок хранения лабораторных журналов 2 года.

В целях упорядочения учета материальных ценностей в каждой лаборатории должно быть выделено лицо, отвечающее за учет и хранение материальных ценностей. Таким ответственным лицом обычно является заведующий лабораторией или химик, а на тех предприятиях, где отсутствует должность заведующего лабораторией, старший лаборант.

Для регистрации материальных ценностей заводится специальный журнал, в котором перечисляются все материальные ценности, поступающие в лабораторию и используемые в процессе работы, а также пришедшие в негодность. Такой учет ведется ежемесячно. Учет лабораторной посуды, переданной в цехи (термометры, ареометры, фарфоровые чашечки, ступки и т.д.), ведется ежесменно в специальных журналах. На разбитую посуду, термометры, ареометры и другие стеклянные предметы и приборы в каждом отдельном случае сразу составляется акт в присутствии заведующего лабораторией, начальника смены или бригадира. Акт служит основанием для списания.

Реактивы следует хранить в специально отведенных для этого запирающихся шкафах, ключи от которых находятся у лица, ответственного за реактивы.

Выдача реактивов сотрудникам лаборатории производится ответственным за них лицом, причем количество отпускаемых реактивов должно соответствовать расходу, действительно необходимому для проведения анализов и приготовления рабочих растворов. Учет прихода и расхода реактивов ведется лицом, ответственным за них в специальном журнале (таблица 4).

Таблица 4
Журнал учета прихода и расхода реактивов

Реак- тив	Приход:				Расход			
	дата	по какому документу	коли- чество	приме- чание	дата	коли- чество	для какой работы выдан	рас- ценка

1.8 Виды работ, осуществляемых в лаборатории

Первостепенной задачей сотрудников любой лаборатории является создание в рабочем помещении обстановки, которая облегчала бы проведение экспериментов и обеспечивала получение достоверных результатов. Необходимыми условиями для этого являются: рациональное расположение на ее площади рабочих столов и оборудования; правильный подбор и размещение приборов, инструментов и посуды; разумное и экономное использование аппаратуры и материалов; соблюдение чистоты; точность и аккуратность при проведении работ, разумное использование времени; соблюдение необходимых мер безопасности.

1.8.1 Лабораторная посуда. Мытье и сушка

В зависимости от назначения используемая в лаборатории посуда подразделяется на три группы: *общая, специальная и мерная*.

К группе *общего назначения* относят посуду, необходимую для выполнения большинства экспериментов. Это пробирки, химические стаканы, плоскодонные (круглые и конические) колбы, обычные и делительные воронки, холодильники, кристаллизаторы и т. п.

Пробирки бывают обычные, конические (как правило, используются для центрифугирования) и градуированные. Обычные пробирки чаще всего применяют для проведения реакций в малых объемах. Вместимость пробирки при этом должна быть значительно большей, чем объем реакционной смеси (желательно, чтобы он составлял 1/3-1/4 объема пробирки). Перемешивание содержимого пробирки осуществляют, держа ее между пальцами левой руки и слегка постукивая пальцем правой руки по ее нижней части. Ни в коем случае не следует закрывать пробирку пальцем или пробкой и проводить перемешивание путем встряхивания или переворачивания! Если объем реакционной смеси составляет более половины объема пробирки, перемешивание содержимого лучше производить при помощи стеклянной палочки. Определенные трудности возникают и при необходимости быстро нагреть раствор, находящийся в пробирке. Лучше всего это делать, используя горячую водянную баню, т. к. при нагревании пробирки над пламенем горелки может произойти быстрое выплескивание жидкости.

Конические колбы (Эрленмейера) - посуда, которая применяется при проведении самых разнообразных операций

(приготовление растворов, составление реакционных смесей, проведение реакций, фильтрование и т. д.). То же самое относится и к химическим стаканам, хотя последние менее удобны для проведения реакций, предусматривающих систематическое перемешивание. Форма конической колбы позволяет производить интенсивное перемешивание содержимого без расплескивания и без использования механических мешалок.

К плоскодонным коническим колбам относится также колба Бунзена, которая выполнена из толстого стекла и имеет в верхней части специальный отросток, который служит для соединения с вакуумным насосом. Колба Бунзена используется для отсасывания жидкостей (фильтрования) под вакуумом.

Воронки обычные предназначены для переливания жидкостей и фильтрования, они могут иметь различные размеры: 35, 55, 70, 100, 150, 200, 250 и 300 мм. Для фильтрования следует использовать воронки с длинной, наклонно срезанной трубкой. Если воронка (при переливании или фильтровании жидкости) слишком плотно прилегает к горлу сосуда, в трубке могут возникать воздушные пробки, препятствующие продвижению жидкости. Это явление легко устранить, время, от времени слегка приподнимая воронку над горлом сосуда.

Делительные воронки, применяемые для расслоения (разделения) несмешивающихся жидкостей, отличаются от обычных формой (цилиндрическая или грушевидная) и наличием притертого крана в верхней части отводной трубы. Обычно делительная воронка снабжается еще и притертоей стеклянной пробкой. Перед началом работы кран воронки аккуратно смазывают вазелиновым маслом или специальной смазкой, что обеспечивает его плавное движение внутри трубы.

Холодильники используют для охлаждения и конденсации паров. Для отведения конденсата из реакционной среды и сбора его в специальном приемнике применяют так называемые «прямые» холодильники (Либиха). Обычно они представляют собой стеклянную трубку, заключенную в стеклянную «рубашку» с двумя отростками для входа и выхода воды. Если эксперимент предусматривает возвращение конденсата в реакционную смесь, используют «обратные» холодильники, внутренняя часть которых выполнена, как правило, в виде трубы с шарообразными расширениями (холодильник Аллина) или спирали (змеевиковый

холодильник). Пользуясь холодильниками, следует помнить, что прямой холодильник Либиха можно применять только для конденсации паров с температурой не выше 150 °С, а обратный холодильник Аллина всегда следует располагать только в вертикальном положении.

Посуда специального назначения включает предметы, используемые для одной или нескольких определенных операций, например, эксикаторы, колбы Кельдаля, дефлегматоры, ареометры, пикнометры и т. п.

Эксикаторы представляют собой сосуды из толстого стекла с притертой крышкой, имеющие специфическую форму, в которой различаются две части: верхняя цилиндрическая и нижняя конусообразная. Они предназначены для медленного и равномерного высушивания, а также для хранения веществ, легко поглощающих влагу. В нижнюю часть эксикатора помещают различные водопоглотители, такие как CaCl₂, P₂O₅, силикагель и др., а в верхнюю - сосуд с высушиваемым веществом, который устанавливают на специальной фарфоровой вкладке, расположенной на дне цилиндрической части эксикатора. Для достижения полной герметичности края крышки дополнительно покрывают специальной смазкой. Открывать крышку следует медленно, сдвигая ее в сторону.

Колба Кельдаля выполнена из тугоплавкого и термостойкого стекла, имеет грушевидную форму с удлиненным горлом. Применяют ее преимущественно при определении общего азота (по Кельдалю), хотя не исключено ее использование и в некоторых других анализах.

Ареометры и пикнометры применяются для определения относительной плотности жидкости. Ареометр представляет собой запаянную стеклянную трубку с делениями, имеющую в нижней части расширение и резервуар, заполненный специальной массой. При измерении плотности ареометр помещают в цилиндрический сосуд с исследуемой жидкостью; деление на трубке, с которым совпадает положение мениска, соответствует значению относительной плотности жидкости, находящейся в сосуде. Ареометры выпускаются в виде наборов, так как каждый из них рассчитан только на определенный интервал значений плотности. Пикнометры предназначены для более точного (до четвертого знака) определения этого показателя. Они представляют собой

плоскодонные сосуды с длинным узким горлом. Определение плотности в этом случае проводится путем последовательного взвешивания пустого, заполненного водой и заполненного исследуемой жидкостью сосуда и сопоставления полученных величин.

К мерной посуде относят мерные цилиндры, стаканы, мензурки и колбы, а также пипетки и бюретки.

Мерные цилиндры, стаканы и мензурки обычно используют для отмеривания нужных объемов жидкости, а также для приготовления растворов с примерной концентрацией. Для получения точных растворов пользуются *мерными колбами*. Это круглые, плоскодонные колбы с длинным горлышком, на котором имеется кольцевая метка. На стенке колбы указана ее емкость, которая может составлять от 10 см³ до 2 л. Пользуясь мерными колбами, следует всегда помнить, что они предназначаются не для отмеривания жидкости с последующим переливанием, а для получения точного объема внутри сосуда (приготовления точного раствора).

Пипетки бывают градуированные и неградуированные. Первые позволяют отмерять любые объемы жидкости в пределах своей вместимости, а вторые (пипетки Мора) представляют собой трубку с одной риской наверху и расширением в средней части и предназначаются для отмеривания только одного определенного объема (от 1 см³ до 100 см³). При работе с любыми пипетками рекомендуется соблюдать следующие простые правила: вредные и летучие вещества набирать в пипетку только с помощью резиновой груши; при набирании ртом обязательно следить за тем, чтобы кончик пипетки находился в толще жидкости; сливать набранную жидкость, прислонив кончик пипетки к стенке сосуда; оставшуюся в кончике пипетки каплю не вытряхивать и не выдувать, так как градуирование пипетки проведено с учетом ее объема.

Бюретки — стеклянные градуированные трубки с оттянутым носиком, над которым находится либо притертый кран, либо резиновая трубка с зажимом. Чаще всего бюретки применяют для титрования растворов. Перед началом работы бюретка должна быть прочно укреплена на штативе в строго вертикальном положении. Чтобы избавиться от пузырьков воздуха, которые могут образоваться при заполнении бюретки, жидкость следует сначала

наливать выше «нулевой» отметки, а затем спустить до нужного уровня.

Кроме стеклянной посуды, при проведении физико-химических анализов часто используют фарфоровую посуду (ступки, тигли, чашки для выпаривания, воронку Бюхнера и др.), а также металлические инструменты и предметы (тигли, тигельные щипцы, зажимы для резиновых трубок).

Грамотная работа с любой химической посудой предполагает соблюдение нескольких основных правил: использовать только хорошо вымытую и высушеннную посуду; при подготовке к опыту отбирать только посуду, необходимую для его проведения; использовать каждый вид посуды исключительно в соответствии с его назначением; нагреванию подвергать только посуду с соответствующей маркировкой; мыть посуду сразу после завершения работы.

Мытье посуды - неотъемлемая часть лабораторной техники. Эта процедура не столь проста, как это кажется на первый взгляд. Существует множество способов мытья химической посуды, включая механические, химические, физические и их всевозможные комбинации. Для того чтобы правильно подобрать способ мытья посуды, а не беспорядочно перебирать все имеющиеся возможности, желательно иметь представление о характере загрязнения и, соответственно, о свойствах загрязняющих веществ. Понятно, например, что некоторые трудно растворимые осадки щелочного характера гораздо легче и безопаснее удалить, используя слабый раствор кислоты, чем «отскабливая» их щеткой в воде. При неизвестном характере загрязнения наилучшие результаты дает комбинированный способ мытья, который наиболее широко используется в лабораторной практике. На первом этапе посуду моют обычной водопроводной водой (лучше теплой и проточной), используя любые моющие средства и специальные круглые щетки - «ерши». Затем посуду многократно промывают чистой водопроводной водой. Далее для мытья используют хромовую смесь, небольшое количество которой аккуратно (она оказывает сильное действие на кожу и одежду) набирают в сосуд (если это пипетка или бюретка, используют резиновую грушу!) и, осторожно вращая его, смачивают внутренние стенки, а остаток сливают в ту же склянку, в которой она хранится. В таком виде посуду оставляют

постоять несколько минут, после чего тщательно отмывают от смеси сначала проточной водопроводной водой, а затем дистиллированной.

Хромовую смесь готовят либо с двухромовокислым калием ($K_2Cr_2O_7$), либо с двухромовокислым натрием ($Na_2Cr_2O_7$). В первом случае в концентрированную серную кислоту постепенно (при размешивании) добавляют растертый в порошок $K_2Cr_2O_7$ в количестве 5 % от массы серной кислоты и нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до растворения. Во втором - $Na_2Cr_2O_7$ растворяют в воде, а затем в полученный раствор осторожно доливают концентрированную серную кислоту (на 6 г двухромовокислого натрия 100 см³ воды и 100 см³ серной кислоты). Хромовая смесь служит довольно долго; признаком ее дальнейшей непригодности для мытья посуды является переход темно-оранжевого цвета в темно-зеленый.

В том случае, когда приходится мыть пипетки, трубы и пр., хромовую смесь следует набирать при помощи резиновой груши без баллона.

Если в лаборатории нет хромовой смеси, посуду можно очищать концентрированной серной кислотой.

Концентрированная серная кислота и хромовая смесь очень сильно действует на кожу и одежду, поэтому обращаться с ними следует осторожно.

Если эти вещества попадают на кожу рук или одежду, их следует, прежде всего, обмыть большим количеством воды, затем раствором соды (двууглекислого натрия) или амиака.

Концентрированную серную кислоту и хромовую смесь надо выливать не в раковину, а в специально поставленные около нее глиняные или стеклянные сосуды. Их содержимое следует выливать в специальные ямы и только в крайнем случае в канализацию, причем в этом случае нужнопустить сильную струю воды.

Вымытую посуду можно сушить холодным и горячим способами. При холодном способе посуду сушат в перевернутом виде просто на воздухе, лучше в подвешенном состоянии (на специальных колышках или решетках), но можно и на листах фильтровальной бумаги. При необходимости сразу использовать только что вымытую посуду можно применить высушивание струей воздуха. Весьма распространенным способом сушки химической посуды является помещение ее в сушильный шкаф при температуре 80-100 °C. При этом рекомендуется ставить посуду в шкаф в обычном положении на

лист фильтровальной бумаги и не сразу же после мытья, а после того, как она некоторое времяостояла в перевернутом виде на воздухе.

Стеклянная посуда считается чистой, если на стенках ее не образуется отдельных капель и вода распределяется по внутренней стенке равномерно, в виде тончайшей пленки.

1.8.2 Приготовление растворов

Каждая лаборатория имеет определенный запас реагентов. По своему назначению все они могут быть подразделены на две большие группы: *общеупотребительные и специальные*. В первую группу входят реагенты, используемые практически в каждой работе. Это кислоты (соляная, серная, азотная), щелочи (гидроокиси калия, натрия, аммония), многие неорганические соли (хлориды и сульфаты калия, натрия, аммония, кальция, магния и т. п.), некоторые индикаторы (фенолфталеин, метиловый оранжевый и др.). Специальные реагенты применяются при выполнении лишь определенных видов работ.

В зависимости от степени очистки различают реагенты чистые (ч.), чистые для анализа (ч.д.а.), химически чистые (х.ч.), особой чистоты (ос.ч.) и спектрально чистые (сп.ч.). Для каждой из названных категорий установлено определенное допустимое содержание примесей. При определении показателей качества пищевой продукции наиболее часто используются реагенты с маркой «ч.д.а.», реже - «х.ч.». Могут применяться и реагенты с маркой «ч.», однако в этих случаях обычно рекомендуется их дополнительная очистка (перекристаллизация).

Хранят реагенты, как правило, в плотно закрытых склянках. В большинстве случаев предпочтительным является использование притертых пробок, однако иногда (например, при хранении щелочей или их растворов) следует избегать их использования из-за возможности «заклинивания» пробки вследствие попадания вещества в просвет между ней и горлом склянки. Если это все же произошло, следует сначала попытаться открыть склянку, легко постукивая каким-либо деревянным предметом по выступающему краю пробки снизу. В том случае, когда такой способ не помогает, можно применить одну из возможностей быстро нагреть горло (но не пробку!) склянки. Для этого, например, можно обернуть его смоченным в кипятке полотенцем или на короткое время подставить под струю горячей воды.

Некоторые реагенты требуют особых условий хранения: светочувствительные (некоторые соединения йода, брома, серебра, ртути; тиамин, рибофлавин и др.) - в склянках из темного стекла; огнеопасные (метиловый и др. спирты; диэтиловый, амиловый и др. эфиры; бензол, толуол, ксилол, ацетон и др.) — вдали от газовых горелок и прочих нагревательных приборов; сильные окислители (марганцовокислый калий, перекись водорода, концентрированную хлорную кислоту и др.) – отдельно от восстановителей (угля, серы, крахмала, фосфора и т. п.), летучие соединения (соляная кислота, эфир и др.) - под тягой. Общими же при хранении и использовании всех без исключения реагентов являются следующие правила:

- под реагенты используют только абсолютно чистую и сухую посуду;
- размер склянки, в которой хранится реагент, должен соответствовать его количеству, использование больших склянок загромождает рабочее место и осложняет манипулирование с реагентами;
- все склянки с реагентами обязательно должны быть снабжены этикетками с указанием названия (подписаны), «безымянные» реагенты (во всяком случае, до установления их природы) использовать в экспериментах не просто нецелесообразно, но и опасно;
- растворы твердых реагентов и другие реагенты готовят в минимально возможных количествах. Это важно не только с точки зрения экономии реагентов, но и потому, что многие растворы при хранении быстро становятся непригодными для использования.

Проведение практически любого анализа предполагает в качестве подготовительной фазы приготовление большого числа различных *растворов*. Это один из наиболее трудных и, вместе с тем, ответственных моментов любого эксперимента. Трудность его заключается в необходимости точно рассчитать количества исходных соединений, которые требуются для приготовления растворов заданной концентрации.

Концентрация вещества в растворе - это его количество, содержащееся в единице объема или веса растворителя или раствора. Существуют различные способы выражения концентраций. В практике наиболее широко используются *молярные, нормальные и процентные концентрации растворов*.

Молярная концентрация определяет число грамм-молекул (сокращенно - «моль») вещества, содержащееся в 1 л или дм^3 раствора, а *грамм-молекула* - это количество вещества в граммах, равное его молекулярной массе. Записывают молярные концентрации следующим образом:

1) 1 М раствор NaOH – одномолярный раствор гидроксида натрия (1 моль NaOH в литре или дм^3 раствора). Поскольку один моль NaOH составляет 40 г (молекулярная масса Na - 23, молекулярная масса O - 16 и молекулярная масса H - 1; $23+16+1=40$), то 1 М раствор гидроксида натрия содержит 40 г NaOH в одном литре раствора.

2) 0,1 М раствор KOH – децимолярный раствор гидроксида калия (0,1 моля KOH в литре или дм^3 раствора). Поскольку 1 М KOH соответствует 56 г (молекулярная масса K - 39, молекулярная масса O - 16 и молекулярная масса H - 1; $39+16+1=56$), то одна десятая моля равна 5,6 г, и 0,1 М раствор гидроксида калия содержит в 1 л раствора 5,6 г KOH.

Молярные концентрации относят к категории наиболее «точных» концентраций. Этим способом часто выражают, например, концентрации стандартных растворов, предназначенных для титрования или построения калибровочных графиков. Навески для «молярных растворов» обычно делают на аналитических весах с точностью до четвертого знака после запятой, а для доведения таких растворов до окончательного объема обязательно используют мерные колбы. Следует, однако, иметь в виду, что саму процедуру растворения навески в мерной колбе проводить не рекомендуется. Во-первых, это связано с определенными трудностями, которые возникают при перенесении навески в узкогорлую мерную колбу. Во-вторых, известно, что многие реакции растворения сопровождаются значительным выделением или поглощением тепла, что может отразиться на точности измерения. Поэтому лучше начать процедуру растворения навески для приготовления раствора с молярной концентрацией в обычном (подходящем по размеру) стакане или колбе. Поместив в выбранную посуду навеску, добавить растворитель в количестве, составляющем часть окончательного объема, которая будет достаточна для полного растворения, и растворить навеску вещества при активном перемешивании. После этого количественно перенести полученный раствор в мерную колбу нужного размера, т. е. аккуратно перелить его, а затем несколько раз

сполоснуть посуду, в которой проводилось растворение, небольшими порциями растворителя, которые также слить в мерную колбу. И, наконец, довести объем раствора до метки мерной колбы.

Концентрации точных растворов выражают также в виде числа *грамм-эквивалентов*, содержащихся в 1 л раствора. Такое выражение концентрации раствора называется нормальностью. На практике под грамм-эквивалентом понимают величину, равную отношению молекулярной массы соединения к числу валентных связей между образующими его ионами (для кислот и солей - к их основности; для оснований – к их кислотности). Так, например, 1 грамм-эквивалент двухосновной серной кислоты (H_2SO_4) равен 49 г (молекулярная масса – 98, а число валентных связей - 2), для хлористого натрия ($NaCl$) – 58,5 г (молекулярная масса $23+35,5=58,5$, число валентных связей - 1). Нормальный раствор (1 Н) содержит в 1 л один грамм-эквивалент соответствующего вещества, 2 Н – два грамм-эквивалента и т. д. Для быстрого приготовления 0,1 Н и 0,01 Н растворов некоторых наиболее часто используемых соединений существуют так называемые «фиксаналы» — заранее приготовленные и запаянные в ампулы точно отвешенные количества реагентов, требующиеся для получения 1 л раствора. В остальном при приготовлении нормальных растворов и работе с ними действуют те же правила, что и для растворов с молярной концентрацией.

Ниже приводится таблица 5, использование которой может упростить приготовление наиболее употребляемых растворов с молярными и нормальными концентрациями.

Процентная концентрация вещества в растворе отражает выраженное в процентах отношение массы растворенного вещества к массе раствора. Еще более просто процентная концентрация может быть определена как соответствующая количеству (в граммах) растворенного вещества, содержащегося в 100 г раствора. Записывают процентную концентрацию следующим образом: 10 %-ный раствор $NaCl$ – это раствор, в 100 г которого содержится 10 г хлористого натрия.

Обычно процентные концентрации выражаются целыми числами (2 %, 35 % и т. д.) и лишь иногда - в виде десятых долей числа (0,2 %, 0,5 % и т. д.). Это означает, что взвешивание производится с точностью в 10-100 раз меньшей, чем в случае приготовления раствора с молярной концентрацией. Кроме того, с приготовлением «процентных растворов» связан ряд экспериментальных затруднений, преодоление

Таблица 5

Количество реагентов, требуемых для приготовления 1 л наиболее часто используемых концентраций растворов кислот и щелочей

Концентрация раствора	1 М	0,1 М	1 Н	0,1 Н
Реактив	Количество в расчете на 1 л раствора			
Гидроксид калия (КОН), сухое вещество	56 г	5,6 г	56 г	5,6 г
Гидроксид натрия (NaOH), сухое вещество	40 г	4,0 г	40 г	4,0 г
Кислота соляная (HCl), концентрированная, содержание основного вещества 36 %, плотность 1,18 г/см ³	86 см ³	8,6 см ³	86 см ³	8,6 см ³
Кислота серная (H ₂ SO ₄), концентрированная, содержание основного вещества 96 %, плотность 1,84 г/см ³	55,5 см ³	5,5 см ³	27,75 см ³	2,78 см ³
Вода дистиллированная	до 1 л	до 1 л	до 1 л	до 1 л

которых дополнительно снижает точность получаемой концентрации. Не вдаваясь в технические детали способов приготовления растворов с процентной концентрацией, отметим только то, что при составлении таких растворов пользоваться мерными колбами для окончательного доведения объема не имеет смысла. Использование мерных колб в этом случае позволяет получить абсолютно точную процентную концентрацию только при условии, что удельная плотность и растворяемого вещества и растворителя практически совпадает с 1. При всех прочих вариантах доведение объема раствора в мерной колбе по существу не дает никаких преимуществ по сравнению с получением окончательного объема в мерном стакане или цилиндре. Таким образом, процедура приготовления раствора с процентной концентрацией сводится к внесению навески в мерный цилиндр (стакан), растворению ее в достаточном для этого объеме растворителя и доведению объема раствора до рассчитанного (или указанного в методике) в той же мерной посуде, где производилось растворение.

В силу невысокой точности получаемых экспериментально концентраций процентных растворов, их обычно применяют в

реакциях где некоторые отклонения от заданной концентрации допустимы, например, при доведении pH среды, гидролизе и т. п.

Ниже приводится таблица 6 плотностей «процентных» растворов некоторых наиболее часто используемых в практике кислот и оснований, которая может оказаться полезной при определении объема такого раствора, который нужно использовать, чтобы получить необходимое количество чистого вещества.

Таблица 6
Плотность «процентных» растворов некоторых кислот и оснований при температуре 20 °C

В г/см³

Процент	HCl	H ₂ SO ₄	CH ₃ COOH	KOH	NaOH
1	1,003	1,004	0,9997	1,007	1,009
2	1,008	1,009	1,0012	1,016	1,020
4	1,018	1,010	1,0041	1,034	1,043
6	1,028	1,031	1,0069	1,053	1,065
8	1,038	1,043	1,0098	1,072	1,087
10	1,048	1,054	1,0126	1,090	1,109
12	1,057	1,066	1,0154	1,109	1,131
14	1,067	1,078	1,0181	1,128	1,153
16	1,078	1,090	1,0208	1,147	1,175
18	1,088	1,102	1,0235	1,166	1,197
20	1,098	1,115	1,0261	1,186	1,219
22	1,108	1,128	1,0287	1,206	1,241
24	1,118	1,140	1,0312	1,226	1,263
26	1,129	1,154	1,0336	1,246	1,285
28	1,139	1,167	1,0360	1,267	1,307
30	1,149	1,180	1,0383	1,288	1,328
35	1,174	1,214	1,0436	1,341	1,370
40	1,198	1,214	1,0488	1,396	1,430

Например, рассчитано, что необходимый для опыта раствор HCl должен содержать 15 г чистого вещества в литре. При этом у экспериментатора имеется 30 %-ный раствор соляной кислоты. Зная плотность 30 %-ного раствора, легко вычислить объем имеющегося раствора, который следует взять для того, чтобы приготовить 1 л раствора новой концентрации. 100 г 30 %-ного раствора содержат 30 г чистого вещества, следовательно 15 г HCl содержится в 50 г этого раствора. Поскольку плотность 30 %-ного раствора HCl равна

$1,149 \text{ г}/\text{см}^3$ (данные из таблицы 6), объем раствора весом 50 г будет равен $50/1,149 = 43,52 \text{ см}^3$.

В лабораторных исследованиях часто применяются также *насыщенные растворы* различных соединений. Насыщенный раствор – это раствор вещества с предельно возможной при данной температуре концентрацией. При этом неверно полагать, что концентрация вещества в насыщенном растворе обязательно должна быть высокой. Для каждого вещества существует (при определенной температуре) совершенно определенный предел растворения в воде или другом растворителе (растворимость), поэтому для соединений с низкой растворимостью насыщенный раствор (предел растворения), соответственно, будет иметь низкую концентрацию. В большинстве случаев (есть исключения из этого правила) повысить концентрацию насыщенного раствора того или иного соединения можно, повысив температуру раствора. Повышение растворимости химического соединения при увеличении температуры (и, соответственно, понижение растворимости при уменьшении температуры) – свойство, на котором основан один из способов получения вещества в кристаллическом виде (кристаллизация). Охлаждение насыщенного раствора, как правило, сопровождается выпадением кристаллов растворенного соединения.

1.8.3 Фильтры и фильтрование

В лабораторной практике очень часто приходится прибегать к операции механического разделения твердых и жидких компонентов смеси. Эту операцию чаще всего проводят путем фильтрования, т. е. пропускания разделяемой смеси через пористую перегородку (фильтр), способную задерживать твердые частицы. Существует множество разнообразных фильтрующих материалов, устройств для фильтрования и способов его осуществления. Самый простой из них – фильтрование через бумажный фильтр при нормальном давлении и комнатной температуре. Для этого стеклянную воронку укрепляют в кольце штатива, под ней размещают сосуд-приемник так, чтобы в него была опущена большая часть отводной трубы воронки. В воронку укладывают фильтр из фильтровальной бумаги, который перед началом работы слегка смачивают чистым растворителем. Фильтр размещается в воронке таким образом, чтобы край его не доходил до края воронки примерно на 3-5 мм. Фильтр нужного размера может быть вырезан из обычного листа фильтровальной

бумаги, однако более удобно пользоваться готовыми бумажными фильтрами, изготовленными с учетом размеров наиболее часто используемых стеклянных воронок (5,5; 7; 9; 11; 12,5 и 15 см).

Среди выпускаемых промышленностью бумажных фильтров есть обычные и обеззоленные. Это легко определить по массе золы (в г) после сжигания одного фильтра, значение которой всегда указывается на пачке с фильтрами. Если перед первой после запятой значащей цифрой не менее четырех нулей (например, 0,00007 г), то фильтр считается беззольным, если меньше (например, 0,0003 г), - обычным. Бумажные фильтры различаются также по плотности. Ее можно установить по цвету бумажной ленты, которой оклеена пачка с фильтрами. Розовая (иногда черная) лента - быстрофильтрующая бумага с диаметром пор 10 мкм; белая лента - среднепроницаемая с диаметром пор 3 мкм; синяя лента – плотные, «баритовые» фильтры с диаметром пор 1-2,5 мкм, предназначенные для мелкозернистых осадков. Желтой лентой оклеивают пачки с обезжиренными фильтрами.

Одним из основных недостатков фильтрования в стандартных условиях является медленное протекание процесса, особенно если возникает необходимость применять плотные фильтры. Несколько ускорить процедуру фильтрования можно за счет удлинения трубы воронки или применения складчатого фильтра. В тех случаях, когда эти приемы оказываются неэффективными, есть смысл попытаться провести фильтрование под вакуумом. Для этого собирают несложную установку, состоящую из колбы Бунзена, воронки Бюхнера, вакуумного насоса и предохранительной склянки. К колбе предварительно подбирают резиновую пробку с отверстием, соответствующим диаметру воронки. В фарфоровую воронку укладывают бумажный фильтр, который перед началом работы, как и при обычном фильтровании, слегка смачивают растворителем.

Как правило, отфильтрованный осадок многократно промывают водой (или другим раствором). При этом следует соблюдать некоторые общие правила:

- жидкость для промывания наливать аккуратно, лучше сливая ее из сосуда с носиком по стеклянной палочке, прислоненной к фильтру у боковой стенки воронки;
- за один прием наливать столько жидкости, чтобы она полностью покрыла осадок, но не доходила до краев фильтра;

- каждую новую порцию добавлять только после того, как полностью протекла предыдущая.

1.8.4. Освобождение едких щелочей от углекислых солей наиболее доступными способами

Сухие едкие натр и кали, как бы они ни были чисты, всегда содержат более или менее значительную примесь углекислых солей (поташа и соды). Присутствие углекислых солей не дает возможности пользоваться фенолфталеином в качестве индикатора. Вместе с тем при определении кислотности хлебных полуфабрикатов фенолфталеин дает наиболее отчетливый переход от кислой к щелочной реакции. Поэтому необходимо получить раствор едких щелочей без примеси углекислых солей.

Для едкого натра можно применить все три описанные способы, а для едкого кали – только второй и третий.

Первый способ заключается в следующем. Растворяют 250 г чистого едкого натра в 300 см³ воды в цилиндре с хорошо пригнанной пробкой. В этих условиях углекислый натрий совершенно не растворяется и через несколько дней осаждается на дно. Раствор отбирают пипеткой и разбавляют водой, не содержащей углекислоты.

Второй способ состоит в следующем. Отвешивают около 4,5 г едкого натра или 6 г едкого кали, измельчив, помещают в склянку с хорошо пригнанной пробкой и обливают 60-70 см³ абсолютного спирта. Дают стоять в течение суток; едкие щелочи при этом растворяются, углекислые – остаются в осадке. Отстоявшийся раствор быстро фильтруют через стеклянную вату или асбест и разбавляют водой, не содержащей углекислоты.

По третьему способу растворяют в воде по возможности чистое едкое кали или едкий натр, количество его должно превышать 0,1 грамм-эквивалента на литр (как во втором способе). К полученному раствору прибавляют небольшое количество раствора хлористого бария. Образуется осадок углекислого бария; ему дают отстояться и осторожно декантируют прозрачный раствор при помощи сифона. В растворе имеется только едкая щелочь и некоторое количество хлористой соли. Присутствие небольших количеств хлористого бария не влияет на титрование.

1.8.5. Приготовление воды, свободной от углекислоты

Титрованные растворы щелочи необходимо готовить на воде, свободной от углекислоты. Такую воду можно получить кипячением или продуванием через нее воздуха, очищенного от углекислоты.

Для приготовления воды кипячением наливают дистиллированную воду в колбу, предпочтительнее из устойчивого стекла, и кипятят в течение 30 мин. Закупоривают колбу плотно резиновой пробкой, имеющей отверстие, через которое проходит согнутая под острым углом стеклянная трубка, оканчивающаяся плотно насаженной на нее трубкой, заполненной натронной известью, затем дают воде охладиться.

1.8.6 Установка титра раствора

Установка титра приготовленного раствора (или проверка титра уже применявшегося) производится с помощью янтарной или щавелевой кислоты, перекристаллизованной описанным ниже способом.

Чаще всего приготавливают децинормальные растворы указанных кислот обычно в объеме 200-250 см³, а иногда применяют метод отдельных навесок.

Грамм-эквивалент янтарной кислоты, кристаллизующейся без воды, равен 59,044, а щавелевой кислоты, кристаллизующейся с двумя частицами воды – 63,036. Для получения 250 см³ 0,1 Н раствора отвешивают в маленьком стаканчике или бюксе 1,4761 г янтарной кислоты или 1,5759 г щавелевой. Навеску количественно переносят в мерную колбу емкостью 250 см³; в горло колбы вставляют воронку и через нее высыпают маленькие кристаллы кислоты, омывая стаканчик несколько раз водой; воронку после споласкивания водой удаляют, а содержимое колбы после растворения навески кислоты доливают водой до метки и хорошо взбалтывают.

В колбу емкостью 100-150 см³ наливают 20-25 см³ децинормального раствора кислоты и, добавив к нему несколько капель раствора фенолфталеина (1 г фенолфталеина растворяют в 100 см³ 96 %-ного этилового спирта), титруют приготовленным раствором едкого натра, приливая его из бюретки при постоянном перемешивании. Вначале щелочь приливают более или менее значительными порциями, а под конец – осторожно, по каплям. Появляющаяся от каждой капли щелочи окраска сначала исчезает сразу же, а затем медленнее и, наконец, раствор сохраняет розовый

оттенок. Титрование ведут до тех пор, пока розовая окраска сохраняется в течение примерно 1 мин, после чего отсчитывают показания бюретки. Розовое окрашивание раствора при состоянии сосуда открытым постепенно исчезает: это зависит от поглощения углекислоты из воздуха. Для установления титра проводят 2-3 титрования и берут среднее из этих результатов. Расхождение между параллельными титрованиями не должно превышать $0,1 \text{ см}^3$. Для большей точности работы колбу ставят на белую бумагу или белое стекло. Попадающие на стенки сосуда капли или брызги титруемого раствора, приливаляемого из бюретки, тщательно смывают.

Если объем едкой щелочи больше объема взятого 0,1 Н раствора кислоты, то приготовленный раствор щелочи слабее децинормального; если меньше, то раствор щелочи крепче децинормального. Для приведения приготовленного раствора к точно децинормальному величину расхода его на титрование следует умножить на поправочный коэффициент K , равный a/b , где a - количество взятой для установки титра 0,1 Н кислоты в см^3 , b – количество израсходованного на титрование раствора приготовленного едкого натра в см^3 . Для удобства работы обычно составляют таблицу перевода расходуемого раствора щелочи к точно децинормальному.

1.8.7 Получение точно децинормального раствора едкой щелочи

В ряде случаев для производственных лабораторий желательно готовить точно 0,1 Н раствор. Для приготовления такого раствора берут заведомо большую навеску щелочи, чем для децинормального раствора. Положим, например, что приготовлен раствор, расход которого на титрование 20 см^3 0,1 Н кислоты равен 18 см^3 . Следовательно, для получения строго децинормального раствора щелочи следует к каждым 18 см^3 раствора прибавить 2 см^3 воды. Зная общий объем раствора, нетрудно вычислить и общее количество прибавляемой воды. Так, например, если приготовлено 5 л раствора щелочи и на предварительное титрование в общей сложности было истрачено 100 см^3 , то для получения децинормального раствора надо прилить $x \text{ см}^3$ воды. X находим из пропорции:

$$\begin{aligned}18 &— 2 \\4900 &— x,\end{aligned}$$

тогда $x = 2 \cdot 4900 / 18 = 544 \text{ см}^3$.

Титрованный раствор щелочи должен быть тщательно защищен от действия углекислоты. Склянка соединяется посредством стеклянных и каучуковых трубок непосредственно с бюреткой. Через пробку склянки проходит согнутая под острым углом стеклянная трубка, оканчивающаяся плотно насаженной на нее трубкой, заполненной натронной известью.

При пользовании бюретками необходимо соблюдать следующие правила. Для титрования растворов щелочей не следует применять бюретки со стеклянными кранами. Бюретки должны закрепляться в строго вертикальном положении. Мениск жидкости при производстве отсчета должен быть на уровне глаза. Между отдельными титрованиями раствор в бюретке следует держать несколько выше нулевого деления. Перед титрованием по уровню раствора проверяют исправность крана, через который поступает раствор в бюретку. Рекомендуется начинать титрование от нулевого деления, раствор следует выпускать из бюретки медленно, чтобы на стенках бюретки не оставалось капель раствора. Нельзя допускать в кранах и каучуковых соединениях пузырьков воздуха.

1.8.8 Перекристаллизация янтарной кислоты

Для получения чистой янтарной кислоты янтарную кислоту перекристаллизовывают один-два раза в зависимости от степени чистоты. Перекристаллизация производится из насыщенного горячего профильтрованного раствора быстрым охлаждением (лучше с помощью льда) при постоянном помешивании для получения мелких кристаллов. Полученные кристаллы освобождают от маточного раствора фильтрованием на воронке Бюхнера с отсасыванием. Янтарная кислота кристаллизуется без воды, и поэтому сушить ее можно на воздухе между листами фильтровальной бумаги, а также в эксикаторе, часто перемешивая стеклянной палочкой для сохранения мелкокристаллической структуры. Хранят янтарную кислоту в баночке с притертой пробкой.

1.8.9 Перекристаллизация щавелевой кислоты

Щавелевая кислота кристаллизуется с двумя частицами кристаллизационной воды. Вначале щавелевую кислоту перекристаллизовывают из раствора соляной кислоты.

100 г щавелевой кислоты растворяют в 100 см³ кипящего раствора соляной кислоты с относительной плотностью 1,04. Раствор быстро фильтруют горячим в фарфоровую чашку и охлаждают (желательно с помощью льда) при непрерывном помешивании стеклянной палочкой. Выпавшие мелкие кристаллы освобождают от маточного раствора отсасыванием на маленькой воронке Бюхнера, промывают холодной дистиллированной водой для удаления соляной кислоты и снова перекристаллизовывают из воды один или два раза в зависимости от степени загрязненности исходного препарата. Сушку проводят при комнатной температуре между листами фильтровальной бумаги, перемешивая, чтобы сохранить мелкокристаллическую структуру. Конец сушки обычно определяется тем, что кристаллы не прилипают к сухой чистой стеклянной палочке.

1.8.10 Взвешивание

В лабораторной практике точность работы весов имеет первостепенное значение. В связи с этим каждый лаборант должен знать общие правила установки, пользования весами и гирями и ухода за ними. Следует учесть, что изготовитель при выпуске весов с предприятия обязан прилагать к ним правила пользования весами и ухода за ними.

Весы необходимо устанавливать на ровной горизонтальной поверхности стола, чтобы указательные гуськи или стрелки при отсутствии нагрузки на чашках находились в положении равновесия, а станина весов была устойчивой.

Правильность установки проверяют отвесом или уровнем, имеющимся при весах.

В зависимости от того, с какой точностью может быть проведено взвешивание на данных весах, их разделяют на следующие группы: для грубого взвешивания (точность до 1 г); для точного взвешивания (точность до 0,01 г); аналитические: обычные (до 0,0001-0,0002 г), полумикрохимические (до 0,00001-0,00002 г), микрохимические (до 0,000001 г) и ультрамикрохимические (до 10⁻⁹ г).

Наиболее часто в практике лабораторных работ применяются весы для точного взвешивания и обычные аналитические весы. По конструкции в группе весов для точного взвешивания различают аптечные (ручные), технохимические и технические весы 1-го и 2-го классов точности. Все точные весы, кроме ручных, устанавливают стационарно, в определенном месте лаборатории, строго по отвесу, с соблюдением всех правил, указанных в инструкции. Для аналитических весов обычно предусматривается отдельная полка на кронштейнах, укрепленных на капитальной стене, либо на фундаментах, изолированных от пола. Весы нужно установить так, чтобы имеющиеся в помещении источники тепла (печь, калорифер, солнечные лучи и т. п.) не действовали непосредственно на коромысло весов и тем самым не могли вызвать нагревания и удлинения плеч коромысла весов. Если по условиям помещения такая установка невозможна, весы необходимо отгородить от источников тепла экраном. Аналитические весы, а также многие виды технических весов имеют футляр, имеющий стеклянные дверки для доступа к весам, их надо устанавливать очень тщательно, по отвесу или уровню.

Весы должны всегда содержаться в полном порядке и чистоте, для чего их необходимо периодически подвергать чистке. Попавшие грязь и пыль удаляют тряпкой или мягкой щеткой настолько осторожно, чтобы не нарушать установку весов. При необходимости снятия отдельных деталей надо внимательно следить за тем, чтобы не утерять их и не перепутать, поэтому при разборке рекомендуется размещать снятые части по ту и другую сторону весов в том порядке, в каком они находились на весах.

1.8.11 Проверка и клеймение измерительных приборов и мер объема

Согласно «Правилам по метрологии. Порядок осуществления государственного метрологического надзора за выпуском, состоянием и применением средств измерений, аттестованными методиками выполнения измерений, эталонами и соблюдением метрологических правил и норм» (ПР 50.2.002-94) установлен определенный порядок, обязательный для всех предприятий, учреждений и организаций, изготавливающих, ремонтирующих и применяющих эти приборы.

1.9 Правила техники безопасности

Лаборатории предприятий макаронной промышленности в работе должны соблюдать следующие правила техники безопасности:

1) устройство лабораторий должно соответствовать санитарной классификации промышленных предприятий СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200;

2) заводские лаборатории должны располагаться отдельно от производственных помещений. Цеховые лаборатории можно располагать непосредственно в цехе, выгородив их легкими остекленными перегородками;

3) лаборатории должны быть оборудованы вытяжными шкафами и независимо от этого иметь устройство для естественного проветривания (форточки, фрамуги, вентиляционные каналы);

4) в каждой лаборатории должны находиться исправный химический огнетушитель и ящик с сухим песком. Средства для тушения пожара необходимо держать в определенных и доступных местах в полной исправности;

5) работники лаборатории должны работать в санспецодежде и в случае необходимости пользоваться средствами индивидуальной защиты;

6) в каждой лаборатории должна быть аптечка с набором необходимых медикаментов;

7) все работы с едкими ядовитыми веществами должны производится в вытяжных шкафах;

8) вытяжные шкафы должны быть оборудованы верхним отсосом и бортиками, предотвращающими стекание жидкостей на пол;

9) рабочие столы, предназначенные для работы с кислотами и щелочами, должны быть покрыты антакоррозионными материалами;

10) запорные краны газопроводов и водопроводов на рабочих столах и в шкафах должны располагаться у передних краев (бортов) и устанавливаться таким образом, чтобы исключалась возможность случайного их открывания;

11) при пользовании газом от внешней сети необходимо на воде газовой проводки в легко доступном месте установить общий кран, закрывающий в случае необходимости подачу газа во все помещения лаборатории;

12) эксплуатация нагревательных и сушильных лабораторных приборов должна удовлетворять следующим требованиям:

- муфельные и тигельные печи, электроплитки, электрические бани, электросушильные печи и др. следует устанавливать на столах, обшитых металлическими листами с асбестовой прокладкой;
- электронагревательные приборы должны быть расположены от стен на расстоянии не менее 0,25 м;
- к одной штепсельной розетке разрешается подключать электроприборы общей мощностью не более 0,8 кВт;
- электроприборы мощностью более 0,8 кВт следует питать непосредственно от электросети. Питание от штепсельных розеток запрещается. Все оборудование должно быть заземлено;

130 центрифугу следует прочно укрепить на фундаменте или столе, снабдить предохранительным кожухом и заземлить. При работе верхняя крышка центрифуги должна быть закрыта и прочно закреплена гайкой. Частота вращения не должна превышать указанного в паспорте;

14) все работающие с кислотами и щелочами обязаны пользоваться предохранительными очками в кожаной или резиновой оправе, резиновыми перчатками, резиновым (прорезиненным фартуком), резиновыми сапогами. Работать с кислотами и щелочами без предохранительных очков запрещается;

15) переливать кислоты и щелочи из бутылки в мелкую тару необходимо с помощью сифона или ручных насосов. Воронки, применяемые для переливания агрессивных жидкостей, должны быть с загнутыми краями и воздухоотводящими трубками.

16) растворение кислот в воде следует производить в посуде из тонкостенного стекла путем приливания по стеклянной палочке кислоты тонкой струей в воду, а не наоборот;

17) для получения раствора щелочи небольшие кусочки ее щипцами опускают в воду и непрерывно перемешивают. Большие куски едких щелочей необходимо раскалывать на мелкие кусочки в специально отведенном месте, предварительно накрыв разбиваемый кусок плотной материей (белтингом);

18) разлитые кислоты и щелочи необходимо немедленно нейтрализовать, а затем тщательно смыть водой. Для нейтрализации щелочей применяется раствор борной кислоты или уксусной эссенции (одна часть эссенции на восемь частей воды, что соответствует примерно 8 %-ной концентрации уксусной кислоты), для нейтрализации кислот – 5 %-ный раствор питьевой соды;

19) концентрированные растворы серной, азотной, соляной, уксусной и других кислот, кристаллический йод, фосфорный ангидрид, азотнокислую медь и прочие летучие вещества следует хранить в специальной стеклянной посуде с притертыми пробками;

20) ядовитые вещества должны храниться в специальном помещении (отделении) в вытяжном шкафу. Ключ от этого отделения должен находиться у заведующего лабораторией. Выдача ядовитых веществ должна проводиться строго по массе с обязательной регистрацией в специальном журнале;

21) при хранении химических реагентов и их растворов на таре должна быть этикетка или бирка с указанием наименования и химической формулы веществ, удельного веса, концентрации, даты приготовления и фамилии работника, приготовившего данный реагент. Кроме этого, вся посуда с растворами реагентов должна иметь номера, реагенты должны всегда занимать определенное место;

22) в лаборатории запрещается хранить легковоспламеняющиеся вещества в количестве, превышающем суточную потребность в них.

1.10 Первая помощь при несчастных случаях в лаборатории

Все сотрудники лаборатории должны уметь оказывать первую медицинскую помощь при несчастных случаях. Для этого следует пользоваться некоторыми правилами оказания первой помощи пострадавшему при несчастных случаях:

1) при термических ожогах необходимо промыть обожженное место раствором перманганата калия или этиловым спиртом и смазать мазью от ожогов;

2) в случае пореза рану следует обработать раствором йода;

3) при ожогах кислотой необходимо промыть обожженное место водой, а затем слабым раствором питьевой соды;

4) при попадании на кожу едкой щелочи следует промыть пораженное место водой, затем разбавленной уксусной кислотой. Промывать следует ватным тампоном, не допуская растекания жидкости на коже.

ГЛАВА 2 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ОСНОВНОГО СЫРЬЯ

В соответствии с ГОСТ Р 52000 основное сырье для изготовления макаронных изделий – это рецептурный компонент, массовая доля которого преобладает в рецептуре макаронного теста, то есть это, как правило, **мука, а точнее муки пшеничная**.

В соответствии с ГОСТ Р 51865 при изготовлении макаронных изделий используют следующее основное сырье:

- муку из твердой пшеницы для макаронных изделий по ГОСТ Р 52668;
- муку из мягкой пшеницы для макаронных изделий по ГОСТ Р 53048;
- муку пшеничную по ГОСТ Р 52189.

Требования к качеству пшеничной муки, используемой в макаронном производстве, приведены в таблицах 7, 8, 9, 10, 11, 12.

Таблица 7
*Органолептические показатели качества муки из твердой пшеницы
для макаронных изделий по ГОСТ Р 52668*

Наименование показателя	Характеристика и норма сортов муки		
	Высший (крупка)	Первый (полукрупка)	Второй
1	2	3	4
Цвет	Светло-кремовый с желтым оттенком	Светло-кремовый	Кремовый с желтоватым оттенком
Запах	Свойственный муке из здорового зерна, без посторонних запахов, не затхлый, не плесневый		
Вкус	Свойственный муке из здорового зерна, без посторонних привкусов, не кислый, не горький		
Наличие минеральной примеси*	При разжевывании муки не должно ощущаться хруста		

Продолжение таблицы 7

1	2	3	4
Металломагнитная примесь, мг в 1 кг муки; размером отдельных частиц в наибольшем линейном измерении 0,3 мм и (или) массой не более 0,4 мг, не более		3,0	
Зарраженность вредителями		Не допускается	
Загрязненность вредителями		Не допускается	
* При возникновении разногласий при определении наличия минеральной примеси в муке из твердой пшеницы для макаронных изделий (наличие хруста) определение проводят по ГОСТ Р 51865 по показателю «Зола нерастворимая в 10 % HCl» с нормой не более 0,2 %.			

Таблица 8
Физико-химические показатели качества муки из твердой пшеницы для макаронных изделий по ГОСТ Р 52668

Сорт муки	Массовая доля золы в пересчете на сухое вещество, %, не более	Массовая доля сырой клейковины, %, не менее	Качество сырой клейковины, усл. ед. прибора ИДК	Массовая доля влаги, %, не более	Крупность помола, %	
					Остаток на сите по ГОСТ 4403, не более	Проход через сито по ГОСТ 4403
1	2	3	4	5	6	7
Высший (крупка)	0,90	26	50-105	15,5	2,0 из полиамидной ткани № 12,5 ПЧ-220	Не более 40,0 из полиамидной ткани № 24,7 ПЧ-150

Продолжение таблицы 8

1	2	3	4	5	6	7
Первый (полу- крупка)	1,20	28	50-105	15,5	2,0 из полиамид- ной ткани № 17,5 ПЧ-180	Не более 40,0 из полиамид- ной ткани № 45/50 ПА
Второй	1,90	25	50-105	15,5	2,0 из полиамид- ной ткани № 24,7 ПЧ-150	Не менее 65,0 из полиамид- ной ткани № 36/40 ПА

Массовая доля влаги в муке из твердой пшеницы для макаронных изделий, предназначенной для отгрузки в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, а также для длительного хранения, должна быть не более 14,5 %.

Кислотность муки из твердой пшеницы для макаронных изделий для высшего и первого сортов должна быть не более 3 град, второго сорта — не более 5 град.

Массовая доля белка в муке из твердой пшеницы для макаронных изделий в пересчете на сухое вещество должна быть не менее 10,5 %.

Таблица 9
*Органолептические показатели качества муки из мягкой пшеницы
для макаронных изделий по ГОСТ Р 53048*

Наименование показателя	Характеристика и норма сортов муки	
	Высший (крупка)	Первый (полукругом)
1	2	3
Цвет	Белый с желтоватым оттенком	Белый с кремоватым оттенком
Запах	Свойственный муке из здорового зерна, без посторонних запахов, не затхлый, не плесневый	

Продолжение таблицы 9

1	2	3
Вкус	Свойственный муке из здорового зерна, без посторонних привкусов, не кислый, не горький	
Наличие минеральной примеси*	При разжевывании муки не должно ощущаться хруста	
Металломагнитная примесь, мг в 1 кг муки; размером отдельных частиц в наибольшем линейном измерении 0,3 мм и (или) массой не более 0,4 мг, не более		3,0
Загрязненность, зараженность, вредителями хлебных злаков (насекомыми, клещами)	Не допускаются	

* При возникновении разногласий при определении наличия минеральной примеси в муке из мягкой пшеницы для макаронных изделий (наличие хруста) определение проводят по ГОСТ Р 51865 по показателю «Зола нерастворимая в 10 % HCl» с нормой не более 0,2 %.

Таблица 10
*Физико-химические показатели качества муки из мягкой пшеницы
для макаронных изделий по ГОСТ Р 53048*

Сорт муки	Массовая доля влаги, %, не более	Массовая доля сырой клейковины, %, не менее	Качество сырой клейковины, ед. ИДК	Число падения, с, не менее	Массовая доля золы, %	Крупность помола, %	
						остаток на сите по ГОСТ 4403, не более	проход через сито по ГОСТ 4403, не более
1	2	3	4	5	6	7	8
Высший (крупка)	15,5	28	50-100	220	0,60	2,0 из полиамидной ткани № 16 ПЧ-200	25,0 из полиамидной ткани № 27 ПЧ-120

Продолжение таблицы 10

1	2	3	4	5	6	7	8
Первый (полу- крупка)	15,5	30	50-100	200	0,75	2,0 из поли- амидной ткани № 18,5 ПЧ-180	50,0 из поли- амидной ткани № 45/50 ПА

Массовая доля влаги в муке из мягкой пшеницы для макаронных изделий, предназначенный для отгрузки в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, а также для длительного хранения, — не более 14,5 %.

Кислотность муки из мягкой пшеницы для макаронных изделий должна быть не более 4 град.

Массовая доля белка в муке из мягкой пшеницы для макаронных изделий в пересчете на сухое вещество должна быть не менее 11,0 %.

Таблица 11

*Органолептические и физико-химические показатели качества
хлебопекарной муки по ГОСТ Р 52189*

Наименование показателя	Характеристика и норма сортов муки
1	2
Вкус	Свойственный пшеничной муке, без посторонних привкусов, не кислый, не горький
Запах	Свойственный пшеничной муке, без посторонних запахов, не затхлый, не плесневый
Массовая доля влаги, %, не более	15,0
Наличие минеральной примеси	При разжевывании муки не должно ощущаться хруста
Металломагнитная примесь, мг в 1 кг муки; размером отдельных частиц в наибольшем линейном измерении 0,3 мм и (или) массой не более 0,4 мг, не более	3,0

Продолжение таблицы 11

1	2
Зароженность вредителями	Не допускается
Загрязненность вредителями	Не допускается
П р и м е ч а н и е – массовая доля влаги пшеничной муки, предназначеннной для районов Крайнего Севера и приравненных к ним местностей, а также для длительного хранения, должна быть не более 14,5 %.	

Таблица 12
*Показатели качества пшеничной хлебопекарной муки
 по ГОСТ Р 52189*

Сорт муки	Цвет	Массовая доля золы в пересчете на сухое вещество, %, не более	Белизна, условных единиц прибора РЗ-БПЛ, не менее	Массовая доля сырой клейковины, %, не менее	Качество сырой клейковины, условных единиц прибора ИДК	Крупность помола, %			Число падения «ЧП», с, не менее
						Остаток на сите по ГОСТ 4403, не более	Остаток на сите из проволочной сетки по ТУ 14-4-1374, не более	Проход через сито по ГОСТ 4403	
Высший	Белый или белый с кремово-ым оттенком	0,55	54,0	28,0	Не ниже второй группы	5 из шелковой ткани № 43 или из полипропиленовой ткани № 45/50 ПА	-	-	185
Первый	Белый или белый с желтоватым оттенком	0,75	36,0	30,0		2 из шелковой ткани № 35 или из полипропиленовой ткани № 36/40 ПА	-	Не менее 80,0 из шелковой ткани № 43 или из полипропиленовой ткани № 45/50 ПА	185

Качество муки устанавливается на каждую отдельную партию на основе анализа взятой из нее средней пробы. Под партией муки понимают любое количество продукта одного вида и сорта, однородное по качеству, предназначенное к одновременной приемке, отгрузке или хранению, в упаковке одного вида или без нее.

Для проверки соответствия качества продукта, упакованного в тару, требованиям нормативно-технической документации отбирают выборку.

Объем выборки от партии муки, упакованной в мешки, в зависимости от объема партии продукта, упакованной в мешки, указан в таблице 13.

Таблица 13

Объем выборки от партии муки (по ГОСТ 27668)

Объем партии (количество мешков в партии)	Объем выборки (количество мешков, из которых отбирают точечные пробы)
До 5 включительно	Каждый мешок
Свыше 5 до 100 включительно	Не менее 5
Свыше 100	Не менее 5 % от количества мешков в партии

Проверку соответствия качества неупакованного продукта требованиям нормативно-технической документации проводят по объединенной пробе.

Приемку партии продукта, состоящей из нескольких автомуковозов, проводят по объединенной пробе от каждого автомуковоза.

Сначала отбирают **точечные пробы**, используя для этого пробоотборники или щупы и совки. Из зашитых мешков точечные пробы отбирают мешочным щупом из одного угла. Перед введением щупа в мешок место, в которое будет вводиться щуп, должно быть очищено щеткой. Щуп вводят по направлению к средней части мешка желобком вниз, затем поворачивают его на 180 град. и вынимают. Образовавшееся отверстие заделывают крестообразными движениями остряя щупа, сдвигая нити мешка.

Точечные пробы из технологического потока перемещаемого продукта отбирают автоматическим пробоотборником с таким расчетом, чтобы масса продукта была не менее 50 г от каждой тонны перемещаемого продукта. Допускается точечные пробы из технологического потока перемещаемого продукта отбирать пробоотборником или совком путем пересечения потока периодически, через равные промежутки времени, но не реже чем через 2 ч. Масса одной точечной пробы должна быть 200-300 г.

Отбор точечных проб при передаче муки из автомуковоза в склад бестарного хранения проводят аналогичным образом. Допускается отбирать точечные пробы через специальный патрубок, врезанный в мукопровод, путем открытия запорного крана через равные промежутки времени, но не менее трех раз. Допускается отбирать пробы из загруженных автомуковозов через загрузочные люки при помощи шупа из двух слоев насыпи муки: из верхнего - на глубине не менее 10 см от поверхности муки, из нижнего - на глубине до 15 см от основания цистерны.

Масса всех отобранных точечных проб должна быть не менее 2,0 кг. Если масса продукта в партии не позволяет за один прием получить требуемую массу точечных проб, то количество их увеличивают.

Затем составляют **объединенную пробу**. Для этого все точечные пробы ссыпают в чистую, крепкую, не зараженную вредителями хлебных запасов тару.

Из объединенной пробы выделяют **среднюю пробу**. Масса средней пробы должна быть не менее 2,0 кг. Если масса объединенной пробы не превышает 2,0 кг, то она одновременно является и средней пробой. Если масса объединенной пробы превышает 2,0 кг, то выделение средней пробы из объединенной проводят ручным способом. Для этого объединенную пробу высыпают на стол с гладкой поверхностью, распределяют продукт в виде квадрата и перемешивают его при помощи двух коротких деревянных планок со скошенным ребром. Перемешивание проводят так, чтобы продукт, захваченный с противоположных сторон квадрата на планки в правой и левой руке, ссыпался на середину одновременно, образуя после нескольких перемешиваний валик; затем его захватывают с концов валика и одновременно с обеих планок ссыпают на середину. Такое перемешивание проводят 3 раза.

После трехкратного перемешивания объединенную пробу снова распределяют ровным слоем в виде квадрата и при помощи планки делят по диагоналям на четыре треугольника. Из двух противоположных треугольников продукт удаляют, а из двух оставшихся собирают вместе, перемешивают указанным способом и вновь делят на четыре треугольника, из которых два идут для последующего деления до тех пор, пока в двух треугольниках не будет получено примерно 2,0 кг продукта, который и составит среднюю пробу.

Отбор средней пробы муки для лабораторного анализа проводят по схеме, приведенной на рисунке 1.



Рис. 1. Схема отбора средней пробы муки

2.1 Определение органолептических показателей качества пшеничной муки

2.1.1 Определение цвета, запаха, вкуса, хруста муки

Определение цвета, запаха, вкуса, хруста муки осуществляют по ГОСТ 27558.

Метод основан на сравнении испытуемого образца с установленным образцом или с характеристиками, указанными в соответствующих стандартах на продукцию.

Цвет муки определяют визуально при рассеянном дневном свете, а также при освещении лампами накаливания или люминесцентными лампами.

Навеску массой 10-15 г рассыпают на стеклянную пластинку, разравнивают и придавливают другой стеклянной пластинкой для получения гладкой поверхности.

Определение цвета муки путем сравнения испытуемой пробы с установленным образцом проводят следующим образом. Из испытуемой муки и муки установленного образца берут навески массой по 5-10 г и насыпают на стеклянную пластину. Обе порции муки осторожно, не смешивая, разравнивают лопаточкой. Толщина слоя муки должна быть около 5 мм, испытуемая мука должна соприкасаться с мукой установленного образца. Затем поверхность муки сглаживают и, накрыв стеклянной пластиной, спрессовывают. Края спрессованного слоя срезают с помощью лопаточки так, чтобы на пластине осталась плитка муки в виде прямоугольника.

Цвет муки определяют вначале по сухой пробе, сравнивая испытуемую муку с мукой установленного образца.

Для определения цвета муки по мокрой пробе пластину со спрессованными пробами муки осторожно в наклонном положении (30-45 град.) погружают в сосуд с водой комнатной температуры; после прекращения выделения пузырьков воздуха пластину с пробами извлекают из воды. Пластину следует подержать в наклонном положении, пока не стечет лишняя вода. После этого приступают к определению цвета муки.

Для определения запаха из пробы, предназначеннной для анализа, отбирают навеску муки массой около 20 г, высыпают на чистую бумагу, согревают дыханием и устанавливают запах.

Для усиления ощущения запаха навеску муки переносят в стакан, обливают горячей водой температурой 60 °С, воду сливают и определяют запах продукта.

Вкус и наличие хруста (минеральной примеси) определяют путем разжевывания 1-2 навесок муки массой около 1 г каждая.

Запах, вкус и наличие минеральной примеси определяют в соответствии с характеристиками, указанными в стандартах на муку.

2.1.2 Определение зараженности и загрязненности вредителями хлебных запасов

Определение зараженности и загрязненности вредителями хлебных запасов проводится по ГОСТ 27559.

Сущность метода определения зараженности и загрязненности заключается в выделении насекомых и клещей путем просеивания на ситах и визуальном обнаружении живых особей, а загрязненности – мертвых особей.

Зараженной вредителями считают муку с наличием живых насекомых и клещей во всех стадиях их развития. Загрязненной вредителями считают муку с наличием в них мертвых насекомых.

Для определения зараженности и загрязненности вредителями муки из средней пробы выделяют навеску массой не менее 1 кг. Навеску муки просеивают через сито из проволочной сетки вручную в течение 1 мин при 120 круговых движениях в минуту или механизированным способом в соответствии с описанием, приложенным к используемому устройству.

Для выявления насекомых сход с сита высыпают на белое стекло анализной доски и перебирают вручную с помощью шпателя. При этом выделяют живых и мертвых насекомых (личинки, куколки и взрослые) – вредителей хлебных запасов.

Проход через сито используют для выявления клещей. Для этого из прохода через сито отбирают совочком из разных мест 5 навесок не менее 20 г каждая.

Навески отдельно помещают на черное стекло анализной доски, разравнивают и слегка прессуют с помощью листа бумаги или стекла для получения гладкой поверхности толщиной слоя 1–2 мм.

Сняв бумагу или стекло, поверхность муки по истечении 1 мин тщательно рассматривают. Появившиеся на поверхности муки вздутия или бороздки просматривают с помощью лупы для установления присутствия живых клещей. Появление вздутий и бороздок указывает на зараженность муки клещами.

Температура анализируемых проб муки должна быть не ниже 18 °C. При температуре анализируемых проб ниже 18 °C перед определением зараженности их следует отогреть до комнатной температуры 18-20 °C.

В лабораторных журналах отдельно указывают зараженность и загрязненность вредителями: «обнаружена» и «не обнаружена».

2.1.3 Определение количества темных вкраплений

Настоящий метод относится к общепринятым (нестандартным) методам [3].

Вкраплением считается темная частица в крупке (муке высшего сорта из твердых или мягких высокостекловидных пшениц), образовавшаяся при измельчении оболочки, либо от поврежденных нагревом зерен пшеницы, темноокрашенные зародыши или черные

крапинки (измельченные семена сорных растений, минеральные загрязнения, копоть и др.).

Присутствующие в муке темные частицы или черные крапинки выступают на поверхности макаронных изделий в виде темных точек, ухудшая внешний вид продукции, не говоря о других отрицательных моментах их наличия в муке.

Для определения количества темных вкраплений и отрубянистых частиц в муке используют пластинку из полимерного материала (оргстекла), на которой нарисован квадрат со стороной 10 см, разделенный на четыре равных квадрата. В каждом углу большого квадрата изображают маленький квадрат со стороной 1 см. Навеску муки массой 80-100 г рассыпают на ровную поверхность и сплющивают пластинкой из оргстекла.

В зависимости от степени загрязненности муки темными вкраплениями пользуются большими (со стороной 5 см) или маленькими (со стороной 1 см) квадратами.

Подсчитывают количество темных вкраплений внутри квадрата. Результат определения выражают числом темных вкраплений в 1 дм² или в 1 см². Рассчитывают среднее арифметическое двух параллельных определений.

2.1.4 Определение способности муки к потемнению

Настоящий метод относится к общепринятым (нестандартным) методам [4, 5, 6].

Сущность метода заключается в сравнении по органолептическим признакам (цвету) свежезамешенной лепешки из муки и воды с лепешкой, выдержанной при 40 °C в течение 6-6,5 ч.

Тесто замешивают из 10 г муки и 5 мл воды и раскатывают скалкой в тонкую лепешку (2-3 мм), которую помещают в увлажненный экскатор (на дне налита вода), находящийся в термостате при температуре 40 °C на 6-6,5 ч.

В случае, когда мука имеет повышенную способность к потемнению, изменение цвета заметно уже через 30 мин.

При использовании фотометров ФТ-2, ФМШ-56М или какого-либо другого цветометра также определяют «цвет» выдержанной и свежезамешенной лепешек теста.

Способность пшеничной муки к потемнению характеризуется величиной изменения показаний фотометра для теста при его

отлежке, выраженной в процентах, к первоначальной величине для теста без отлежки и вычисляется по формуле

$$X = (a - b)100, \% \quad (1)$$

где X - способность пшеничной муки к потемнению;

а - цвет лепешек теста до отлежки;

в - цвет лепешек теста после отлежки.

2.1.5 Определение содержания металломагнитной примеси

Металломагнитную примесь определяют по ГОСТ 20239 с помощью приборов ПВФ (ПВФ-2) и ПИФ (ПИФ-2) (рисунки 2, 3) или вручную. Металломагнитную примесь определяют в 1 кг муки при помощи постоянного подковообразного магнита после определения зараженности (остаток на ситах и проход, полученный при определении зараженности, соединяют вместе).

Сущность метода заключается в выделении металломагнитной примеси (частиц металлов, руды и т.п., обладающих магнитными свойствами) магнитом механизированным способом или вручную с последующим взвешиванием и измерением ее частиц.

При общем анализе продукта определение металломагнитной примеси производят после определения зараженности, объединив сход и проход сит.

Выделение металломагнитной примеси с помощью прибора ПВФ (ПВФ-2). Навеску продукта массой $(1000 \pm 1,0)$ г высыпают в загрузочный бункер прибора и включают тумблером прибор. После перемещения через экран всего продукта снимают переднюю крышку прибора и, придав экрану горизонтальное положение, снимают экран с блока магнитов. Металломагнитную примесь вместе с пылевидными частицами продукта стряхивают с экрана на лист белой бумаги. Экран очищают кисточкой и устанавливают его в прибор. Продукт из приемного бункера вновь засыпают в загрузочный бункер и повторяют операцию выделения металломагнитной примеси.

Выделение металломагнитной примеси вручную. Навеску продукта массой $(1000,0 \pm 1,0)$ г высыпают на доску и разравнивают планками или лопаточками тонким слоем (толщина не более 0,5 см).



Рис. 2. Устройство для выделения металломагнитной примеси ПВФ-2



Рис. 3. Устройство для выделения металломагнитной примеси ПИФ-2

Магнитом медленно проводят вдоль и поперек продукта таким образом, чтобы весь продукт был захвачен полюсами магнита (ножки магнита должны проходить в самой толще продукта, слегка касаясь поверхности доски). Периодически сдувают с магнита частицы приставшего продукта. Выделение металломагнитной примеси из продукта повторяют три раза. Перед каждым повторным выделением испытуемую продукцию смешивают и разравнивают тонким слоем, как указывалось выше. Для облегчения снятия частиц металломагнитной примеси с полюсов магнита допускается оберывать их папиросной бумагой, которую фиксируют резинками.

После выделения металломагнитной примеси с помощью прибора ПВФ или вручную, обернув подковообразный магнит в бумагу, отделяют металломагнитную примесь от пылевидных частиц продукта; при необходимости сдувают их с помощью резинового баллончика. После этого металломагнитную примесь переносят на часовое стекло.

Собранную на часовом стекле металломагнитную примесь взвешивают с погрешностью $\pm 0,2$ мг и рассматривают ее состав. При

обнаружении в ней крупных частиц и частиц с острыми концами или краями, их выделяют отдельно, взвешивают и прибором ПИФ или вручную устанавливают, не превышает ли размер отдельных частиц в наибольшем линейном измерении предельно допустимый размер, установленный требованиями к качеству испытуемого продукта.

Дальнейшие измерения на приборе ПИФ (ПИФ-2). Крупные частицы металломагнитной примеси переносят с помощью деревянной палочки на предметное стекло, помещают его на столике прибора и включают тумблером прибор. По контурам частиц на экране определяют размер крупных частиц или частиц с острыми концами и краями.

Дальнейшие измерения вручную. Крупные частицы металломагнитной примеси переносят с помощью деревянной палочки на измерительную сетку, размещая так, чтобы частица расположилась вдоль одной из сторон квадрата, и рассматривают с помощью лупы.

Если необходимо установить, являются ли измеренные и взвешенные крупные частицы металломагнитной примеси полностью металломагнитными, их переносят в тигель и оплавленной стеклянной палочкой раздавливают, а затем, высыпав на пластину, проверяют магнитом их свойства.

Содержание металломагнитной примеси выражают в миллиграммах на 1 кг продукции. Результаты определения округляют до целого числа. При разногласиях в определении содержания металломагнитной примеси за окончательный результат принимают наибольший результат по содержанию или размерам частиц металломагнитной примеси.

2.2 Определение физико-химических показателей качества муки

2.2.1 Определение массовой доли влаги

Определение массовой доли влаги в муки по ГОСТ 9404. Сущность метода заключается в обезвоживании муки в воздушно-тепловом шкафу при фиксированных параметрах температуры и продолжительности сушки.

Перед проведением анализа на дно тщательно вымытого и просушенного эксикатора помещают осушитель. Пришлифованные края эксикатора (рисунок 4) смазывают тонким слоем вазелина.



Рис. 4. Эксикатор

Сушильный шкаф СЭШ-3М (рисунок 5) включают в электросеть, установив контактный термометр на температуру 130 °C.



Рис. 5. Сушильный шкаф СЭШ-3М

Новые бюксы просушивают в сушильном шкафу в течение 60 мин и помещают для полного охлаждения в эксикатор на 15-20 мин.

Влажность определяют в двух параллельных навесках. Из эксикатора извлекают две чистые просушенные металлические бюксы и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Продукт, выделенный из средней пробы для определения влажности, тщательно перемешивают, встряхивая емкость, отбирают совком из разных мест и помещают в каждый взвешенный бюкс навеску продукта массой ($5,00 \pm 0,01$) г, после чего бюксы закрывают крышками и ставят в эксикатор. По достижении в камере сушильного шкафа температуры 130 °С отключают термометр и разогревают шкаф до 140 °С. Затем включают термометр и быстро помещают открытые бюксы с навесками продукта в шкаф, устанавливая бюксы на снятые с них крышки. Свободные гнезда шкафа заполняют пустыми бюксами. Продукт высушивают в течение 40 мин, считая с момента восстановления температуры 130 °С. Допускается не разогревать сушильный шкаф до 140 °С, если после полной загрузки сушильного шкафа температура 130 °С восстанавливается в течение 5-10 мин. По окончании высушивания бюксы с продуктом вынимают из шкафа тигельными щипцами, закрывают крышками и переносят в эксикатор для полного охлаждения, примерно на 20 мин (но не более 2 ч). Охлажденные бюксы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в эксикатор до окончания обработки результатов анализа.

Массовую долю влаги продукта (W) вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100, \% \quad (2)$$

где m_1 - масса бюкса с пробой для анализа до высушивания, г;

m_2 - масса бюкса с пробой для анализа после высушивания, г;

100 - коэффициент перевода в проценты.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака, затем результат определения влажности округляют до первого десятичного знака. Допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,2 %. Из двух определений выводят среднюю влажность, которую принимают за влажность данной партии. Расхождения между параллельными определениями не должно превышать 0,5 %.

Ускоренные или экспресс-методы определения массовой доли влаги [7]. Для проведения анализа из тонкой бумаги делают пакеты. Для приборов прямоугольной формы (ПС-1, ПИВИ-1, Кварц-21М33-1 и др. (рисунки 6, 7)) лист бумаги размером 20x14 см складывают по-



Рис. 6. ПС-1 - печь для экспресс-анализа влажности по методу Чижовой



Рис. 7. Кварц-21М33-1 - печь для экспресс-анализа влажности по методу Чижовой

полам и загибают края шириной примерно 1,5 см, для приборов круглой формы (ВНИИХП-ВЧ) берут листы квадратной формы со стороной 16 см и сгибают по диагонали, затем края загибают так же шириной 1,5 см. В прибор помещают сразу 2 пакетика, высушивают 3 мин, охлаждают в эксикаторе 2 мин, взвешивают. Все взвешивания пакетиков производят на весах лабораторных с пределом допускаемой погрешности взвешивания $\pm 0,01$ г и хранят в эксикаторе.

Проведение анализа осуществляют в соответствии с прилагаемыми к конкретным приборам инструкциями.

В подготовленные пакетики помещают навеску муки массой 5 г и равномерно распределяют в пакетике. Прибор нагревают до 160 °C, помещают в него пакетики с мукой и сушат 3 мин (пакетики с хлебопекарной мукой) или 28 мин (пакетики с макаронной мукой). Высушенные пакетики с мукой охлаждают в эксикаторе 1-2 мин и взвешивают.

Обработку результатов анализа производят так же, как и при высушивании по методу по ГОСТ 9404.

2.2.2 Определение массовой доли золы

Определение массовой доли золы осуществляют по ГОСТ 27494.

Сущность методов заключается в сжигании муки и отрубей с последующим определением массы несгораемого остатка.

Из пробы, предназначеннной для испытания, выделяют 20-30 г продукта, переносят на стеклянную пластинку и двумя плоскими совочками смешивают. Затем продукт разравнивают, придавливают другим стеклом такого же размера с тем, чтобы продукт распределился ровным слоем толщиной 3-4 мм.

Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест две навески каждая массой 1,5-2,0 г в два предварительно прокаленных до постоянной массы и охлажденных в эксикаторе тигля (рисунок 8).



Рис. 8. Образцы тиглей

Для пересчета на сухое вещество определяют влажность муки по ГОСТ 9404.

Метод озоления муки без применения ускорителя (основной метод). Взвешенные тигли с навесками помещают у дверцы

муфельной печи (рисунок 9) (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 400-500 °С (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают в муфельную печь и закрывают дверцу, затем муфельную печь нагревают до 600-900 °С (ярко-красное каление).

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают, затем вторично прокаливают не менее 20 мин, если после этого масса тиглей с золой изменится не более чем на 0,0002 г, озоление считают законченным. Если масса тиглей с золой уменьшилась более чем на 0,0002 г, то прокаливание повторяют. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания берут меньшее значение массы.

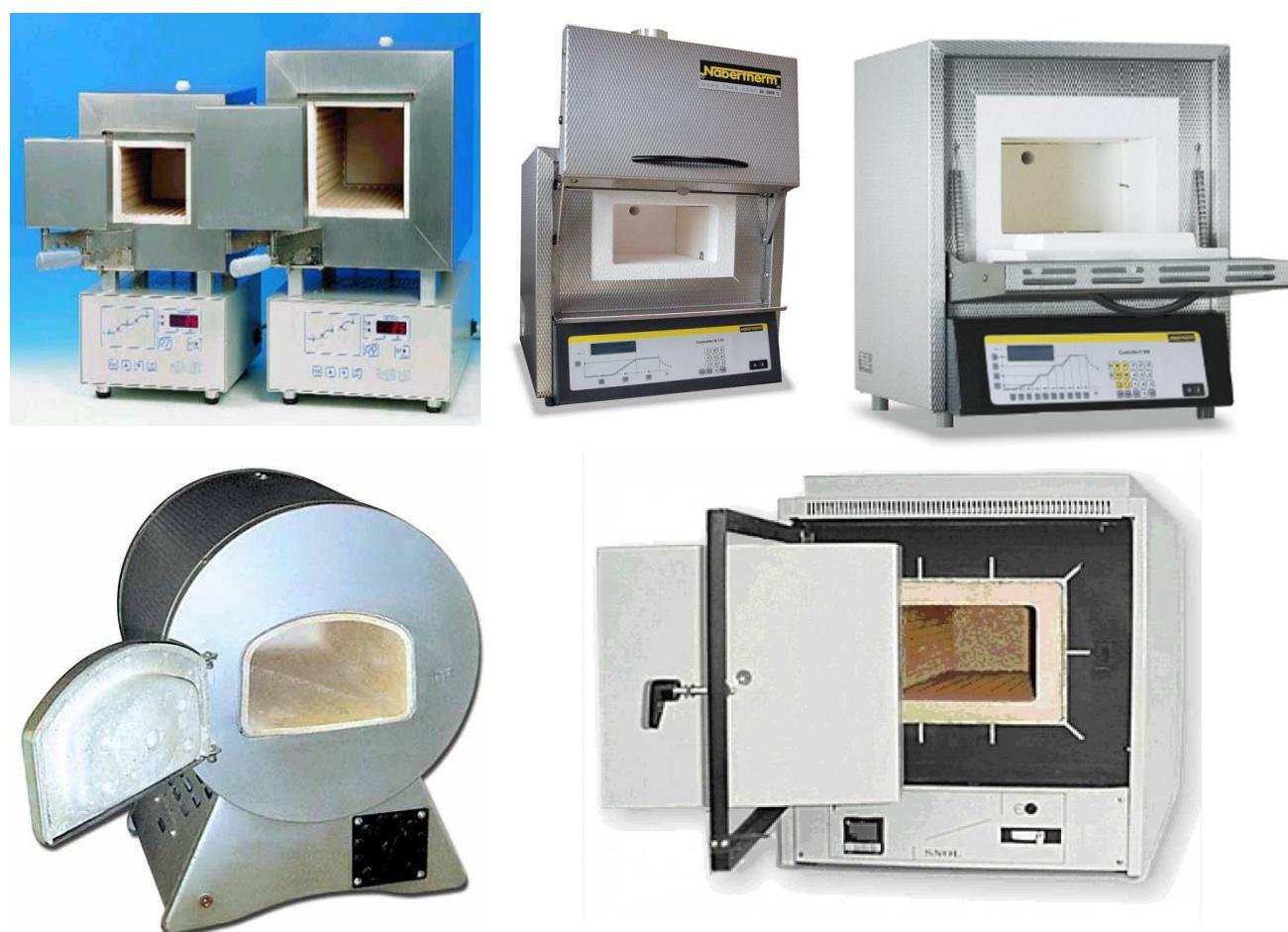


Рис. 9. Образцы муфельных печей

Озоление муки с применением в качестве ускорителя спиртового раствора уксуснокислого магния. Ускоритель готовят следующим образом: 1,61 г уксуснокислого магния растворяют в 100 см³ 96 %-ного чистого этилового спирта. В полученный раствор прибавляют 1-2 кристаллика йода, после растворения которых раствор фильтруют через бумажный фильтр. Спиртовой раствор уксуснокислого магния должен храниться в стеклянной посуде с притертой пробкой в сухом, прохладном и темном месте.

Перед проведением анализа ускоритель должен быть проверен. Для этого в два чистых и прокаленных до постоянной массы тигля наливают пипеткой по 3 см³ ускорителя и зажигают его. После сгорания ускорителя тигли ставят в муфельную печь и прокаливают 20 мин, затем тигли охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разнице между массой тиглей после прокаливания с ускорителем и массой чистых тиглей устанавливают массу золы ускорителя. Тигли и навески подготавливают так же, как и при определении зольности без применения ускорителя.

В каждый взвешенный тигель с навеской прибавляют пипеткой 3 см³ спиртового раствора уксуснокислого магния.

По истечении 1-2 мин, после того, как вся навеска пропиталась ускорителем, тигли помещают на металлическую или фарфоровую подставку непосредственно в вытяжном шкафу и поджигают содержимое тиглей горящей ватой, предварительно смоченной спиртом и надетой на металлический стержень.

После выгорания ускорителя тигли переносят на откидную дверцу муфеля, нагревшегося до 600-900 °С (ярко-красное каление), или помещают у дверцы муфельной печи, затем постепенно задвигают тигли в муфель. Прокаливание ведут до полного исчезновения черных частиц (в течение 1 ч) при температуре 600-900 °С. Продолжительность озоляния зависит от температуры накала печи и от вида продукта.

После окончания озоляния тигли охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают; затем вычисляют зольность в процентах на сухое вещество муки.

Озоление муки с применением в качестве ускорителя азотной кислоты. Тигли и навески для озоляния подготавливают так же, как при определении зольности без ускорителя.

Взвешенные тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 400-500 °С

(темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки.

После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают в муфельную печь и закрывают дверцу. Озоление ведут до превращения содержимого тиглей в рыхлую массу серого цвета. После этого тигли охлаждают на воздухе до комнатной температуры и содержимое их смачивают двумя-тремя каплями азотной кислоты. Тигли помещают у дверцы (или на дверцу, если она откидывается) муфельной печи и осторожно, не допуская кипения, выпаривают кислоту досуха. Выпаривание следует производить очень осторожно, не допуская кипения во избежание разбрызгивания кислоты и потери озоляемого продукта. Затем тигли ставят вглубь муфельной печи, нагретой до 600-900 °С (ярко-красное каление), закрывают дверцу и ведут озоление в течение 20-30 мин.

Если после озоления на дне тигля не видно темных точек, озоление считают законченным. В противном случае озоление продолжают до полного сгорания.

После окончания озоления тигли охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, взвешивают и вычисляют зольность.

Зольность (Х) каждой навески муки в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_3 \cdot 100 \cdot 100}{m_h(100 - W)}, \% \quad (3)$$

где m_h – масса навески муки, г;

m_3 – масса золы, г;

W – влажность муки, %.

При озолении с уксуснокислым магнием или азотной кислотой зольность (Х) каждой навески муки в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_3 - m_y) \cdot 100 \cdot 100}{m_h(100 - W)}, \% \quad (4)$$

где m_h – масса навески муки, г;

m_y – масса золы ускорителя, г;

m_3 – общая масса золы, г;

W – влажность муки, %.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,025 %.

Контрольные определения зольности проводят методом озоления без применения ускорителя.

При контрольных определениях зольности допускаемое расхождение между контрольным и первоначальным (средним арифметическим результатом двух параллельных определений) определениями не должно превышать 0,05 %.

При контрольном определении за окончательный результат испытания принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального определений не превышает допускаемого значения; если расхождение превышает допускаемое значение, за окончательный результат испытания принимают результат контрольного определения.

2.2.3 Определение белизны муки

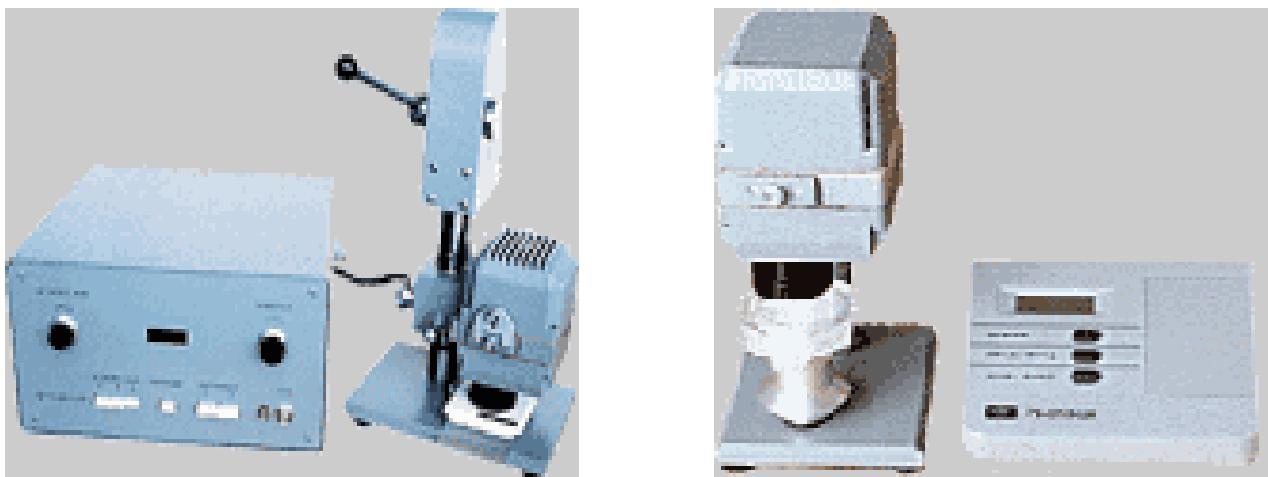
Показатель «белизна» муки действует взамен показателя «зольность» на предприятиях, оснащенных лабораторными приборами и аппаратурой по ГОСТ 26361. Данный показатель определяют применительно к муке пшеничной хлебопекарной.

При определении белизны муки испытываемую муку сравнивают с характеристиками, приведенными в нормативных документах.

Сущность метода заключается в измерении отражательной способности уплотненно-сглаженной поверхности муки с применением фотоэлектрического прибора. Показатель белизны характеризуется зональным коэффициентом отражения в условных единицах прибора при светофильтре ЖЗС-9. Зональный коэффициент отражения – это коэффициент отражения при геометрии измерения 0 °/диф. в спектральных зонах, выделяемых светофильтрами.

Для измерения используют приборы РЗ-БПЛ или РЗ-БПЛ-Ц фотоэлектрические, состоящие из измерительной головки со столиком, блока регистрации и питания, или другие приборы для определения белизны муки, внесенные в Государственный реестр

средств измерений, с метрологическими характеристиками, соответствующими требованиям настоящего стандарта, и обеспечивающие единство измерений белизны муки с прибором РЗ-БПЛ-Ц (РЗ-БПЛ) (рисунок 10).



Приборы для определения белизны пшеничной и ржаной муки РЗ-БПЛ-Ц и РЗ-БПЛ-ЦМ предназначены для измерения коэффициентов отражения в диапазоне длин волн: для РЗ-БПЛ-Ц от 300 до 650 нм, выделяемых двумя светофильтрами; для РЗ-БПЛ-ЦМ 540 нм, выделяемый одним светофильтром.

Рис. 10. Приборы РЗ-БПЛ-Ц и РЗ-БПЛ-ЦМ

Отбор проб муки осуществляют по ГОСТ 27668.

Подготовка прибора к измерениям проводится в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Из средней пробы муки после тщательного перемешивания отбирают навеску муки массой 100 г для определения крупности и две навески массой по (50 ± 5) г каждая для определения белизны.

Выделенными навесками муки для определения белизны последовательно заполняют кюветы через специальное сито. При помощи уплотнительной палочки, входящей в комплект прибора, муку в кювете по всей поверхности разравнивают, слегка уплотняя (чтобы вышел воздух), и излишек муки снимают с кюветы.

Проверяют настройку прибора вначале по пластине № 4, паспортное значение которой соответствует началу шкалы, а затем по пластине № 1, паспортное значение которой соответствует концу шкалы и при необходимости корректируют соответственно

потенциометром «установка нуля» при пластине № 4 и потенциометром «Калибровка» при пластине № 1.

При применении прибора РЗ-БПЛ-Ц корректировку по пластинам проводят до установления стабильных паспортных значений пластин с отклонениями не более $\pm 0,1$

После проверки настройки прибора поднимают измерительную головку и вместо пластины № 4 с подложкой на подставку устанавливают заполненную мукой кювету. При использовании прибора РЗ-БПЛ измерительную головку медленно опускают на муку и после установки стрелки отсчетного устройства снимают значение с точностью до 0,5 условной единицы.

При использовании прибора РЗ-БПЛ-Ц измерительную головку медленно опускают на муку, затем нажимают на кнопку «Коррекция». После установления стабильных значений отсчетного устройства проводят отсчет.

В той же последовательности проводят измерения второй подготовленной порции муки, предварительно очистив от остатков муки оптическую часть головки и прибора.

Содержание фракции крупности муки определяют путем просеивания 100 г муки на лабораторном рассеве в течение 5 мин при частоте вращения 180-200 мин⁻¹.

Муку пшеничную хлебопекарную просеивают на ситах из шелковой ткани № 25 и № 61 или из полиамидной ткани № 22,7 ПЧ-150 и № 64 ПА-50 (фракция 25/61 или 22,7 ПЧ-150/64 ПА-50). Для очистки сит при просеивании навески муки на каждое сито помещают 5 резиновых кружочков – очистителей сит.

Белизну испытуемого продукта выражают в условных единицах прибора. За окончательный результат измерений на приборе принимают среднее арифметическое значение последовательно измеренных двух параллельных навесок муки одной пробы, округленное до целого числа. Допускаемое расхождение между результатами измерений двух параллельно подготовленных навесок не должно превышать 1 условной единицы прибора. В противном случае измерения повторяют по вновь выделенным навескам.

Результаты определения содержания в муке фракции крупности 25/61 или 22,7 ПЧ-150/64 ПА-50 и 045/61, или 045/64 ПА-50 округляют до ближайшего целого числа, кратного пяти. Округленное значение сравнивают с базисными нормами, согласно таблице 14.

Таблица 14

Базисные нормы крупности пшеничной муки

Продукт помола	Сорт муки	Содержание в муке фракции крупности, %
		Проход сита из шелковой ткани № 25 или из полиамидной ткани № 22,7 ПЧ-150 и сход сита из шелковой ткани № 61 или из полиамидной ткани № 64 ПА-50
Пшеница	Высший	25
	Первый	35
	Второй	40

При содержании в муке фракции крупности 25/61 или 22,7 ПЧ-150/64 ПА-50 за каждые 5 % ниже базисной нормы по крупности делают поправку к измеренному показателю белизны, уменьшая его значение для муки пшеничной: по высшему сорту – на 1,0; по первому – на 1,5 условных единиц прибора РЗ-БПЛ. В случае содержания в муке фракции крупности 25/61 или 22,7 ПЧ-150/64 ПА-50 выше базисных, измеренные показатели белизны не изменяют.

За показатель белизны пробы муки принимают среднее значение результатов измерений с поправками на крупность муки и содержание примеси твердой и белозерной пшеницы.

При использовании приборов РЗ-БПЛ с усовершенствованной оптической схемой результаты измерений дополнительно уменьшают на поправку, равную 29,0 условных единиц прибора.

При использовании прибора РЗ-БПЛ-Ц и других приборов внесение поправки к результатам измерений не требуется, так как оно осуществляется в процессе измерения.

Ниже дана краткая характеристика других приборов для определения белизны муки, внесенных в Государственный реестр средств измерений, принципы их действия, а на рисунках 11 и 12 показан их внешний вид.

Белизномер СКИБ-М - это портативный прибор, предназначенный для экспресс-анализа определения белизны пшеничной (хлебопекарной и общего назначения) и ржаной хлебопекарной муки и оценки ее сортности в соответствии с ГОСТ 26361. Принцип действия СКИБ-М основан на измерении освещенности, создаваемой на фотоприемнике в измерительном канале потоком излучения, отраженным от уплотненно-сглаженной

поверхности муки, и освещенности, создаваемой на фотоприемнике в опорном канале, с последующим вычислением отношения результатов в двух каналах. Все блоки прибора конструктивно объединены в одном корпусе. После включения прибора дозатором, входящим в комплект прибора, зачерпывают пробу муки заданного объема и переносят ее в кювету. Мука, помещенная в кювету, имеет



Рис. 11. Белизномер СКИБ-М

ровную плоскую и слегка уплотненную поверхность. Кювету с мукой закрепляют на тубусе прибора, и под воздействием пружины на поршень кюветы подается мука к предметному стеклу прибора и происходит ее уплотнение. Нажимают на кнопку, находящуюся на передней панели прибора, и с индикатора считывают цифровые показания. Показания прибора выражаются в условных единицах прибора РЗ-БПЛ. После этого снимают кювету с тубуса прибора и освобождают от муки. Результаты двух измерений не должны отличаться более чем на 1 у. е. РЗ-БПЛ. Если разница превышает 1 у. е., то выполняют третье измерение и из трех полученных значений выбирают два ближайших, отличающихся не более чем на 1 у. е. РЗ-БПЛ. Спектральный диапазон работы прибора – 530 ± 20 нм; наименование сорта, высвечиваемое на индикаторе, указывается без учета поправок по ГОСТ 26361.

Прибор БЛИК-РЗ предназначен для экспрессной оценки сортности муки по белизне и контроля технологического процесса на мукомольных предприятиях, а также для входного контроля качества муки на хлебопекарных предприятиях.

Принцип действия прибора основан на измерении коэффициента отражения видимого спектра лучей в заданном интервале длин волн (540 ± 50 нм), от уплотненно-сглаженной поверхности муки или теста и эталонов.



Рис. 12. Белизномер БЛИК-РЗ

Лабораторный белизномер выполнен в одном корпусе и включает следующие функционально законченные блоки: фотометрический и механический; усилительно-вычислительный; индикаторный; источник питания.

Фотометрический и механический блок состоит из двух узлов: оптического и механического. Оптический узел содержит три светодиода, обеспечивающих освещение рабочего поля излучением с длиной волны 566 нм под углом 45 град., и один фотодиод, регистрирующий отраженное излучение в направлении, перпендикулярном к плоскости рабочего поля.

Механический узел состоит из шагового двигателя, кюветы и трех фторопластовых опор, обеспечивающих неизменность положения рабочей плоскости кюветы относительно фотоэлектрического блока. На внутренней поверхности кюветы установлены два рабочих средства измерения (РСИ), обеспечивающих режим автокалибровки прибора. Все текущие измерения показателя белизны РСИ хранятся в памяти прибора.

Усилительно-вычислительный блок обеспечивает постоянство тока, протекающего через светодиоды, усиление - оцифровку сигнала, поступающего с фотодиода, и обработку информации в соответствии с программой, хранящейся в памяти блока.

Индикаторный блок состоит из клавиатуры и четырех символьных индикаторов, отображающих режимы и результаты работы прибора.

Перед началом работы включают тумблер "Сеть". На индикаторе должно появиться сообщение, соответствующее заводскому номеру прибора и готовности прибора к работе.

Открывают крышку, снимают кювету и вынимают из нее светозащитный экран. Устанавливают кювету на плоскую жесткую поверхность. Насыпают до краев кюветы пробу муки и выравнивают пластиною. Помещают на поверхность муки светозащитный экран и равномерно нажимают на него при помощи разравнивающей пластины до соприкосновения последней с бортиком кюветы. Устанавливают кювету со светозащитным экраном на ось прибора и легким вращением совмещают паз кюветы с поводком оси.

Нажимают кнопку "Старт" и кювета начнет вращение с периодическими остановками для измерения интенсивности отраженного светового потока. Измерения, с соответствующей индикацией, проводятся для двух РСИ и десяти последовательно расположенных участков пробы муки. По окончании измерений кювета останавливается, и на индикаторе отображается число с децимальной точкой, соответствующее среднему значению показателя белизны. Данное значение будет сохраняться до следующего измерения.

При необходимости можно выводить результаты измерений на компьютер типа IBM PC.

Прибор позволяет определять белизну пшеничной муки различных сортов в соответствии с требованиями ГОСТ 26361.

По результатам измерений, полученных с помощью упомянутых приборов, пользуясь таблицей 15, определяют сорт измеряемого образца муки с учетом ГОСТ 26361.

Таблица 15

Сорт муки	Значение белизны муки в усл. ед. РЗ-БПЛ:	
	не менее	ее более
Высший	54	-
Первый	36	53
Второй	12	35

2.2.4 Определение крупности помола

Определение крупности помола проводится по ГОСТ 27560.

Сущность метода заключается в просеивании муки через набор сит и в последующем взвешивании остатка с верхнего и прохода с нижнего сита.

Определение крупности продукта проводят в навеске, выделенной из средней пробы, массой 50 г.

Крупность муки определяют на лабораторном рассеве (рисунок 13) с частотой колебаний 180-200 об/мин., приводимом в движение электродвигателем. Для определения крупности применяют лабораторные сита с диаметром обечаек 20 см, установленные нормативно-техническими документами на соответствующий вид продукта.



Рис. 13. Образцы рассевов

Навеску продукта высыпают на верхнее сито, закрывают крышкой, закрепляют набор сит на платформе рассева и включают рассев. По истечении 8 мин просеивание прекращают, постукивают по обечайкам сит и вновь продолжают просеивание в течение 2 мин.

Очистка шелковых сит при просеивании достигается применением очистителей сит – резиновых кружочков (диаметром около 1 см, толщиной 0,3 см, массой 0,5 г каждый), на каждое сито помещают 5 очистителей.

По окончании просеивания очистители с сит удаляют. Остаток верхнего сита и проход нижнего сита взвешивают и выражают в процентах к массе взятой навески.

Допускается просеивание навески вручную при соблюдении условий, указанных выше.

Если влажность продукта выше 16,0 %, то его предварительно подсушивают при комнатной температуре в течение 1-2 часов в рассыпанном виде при регулярном перемешивании до влажности 15,0 % - 16,0 %. Определение влажности проводят по ГОСТ 9404.

Значения допускаемых расхождений при контрольных определениях крупности пшеничной муки для макаронного производства указаны в таблице 16.

Таблица 16

Допускаемые расхождения при контрольных определениях крупности

Вид муки	Значения допускаемого расхождения, %, не более	
	по остатку на сите	по проходу через сито
Мука макаронного помола		
Высшего сорта	2,0	4,0
Первого и второго сортов	1,0	4,0
Мука пшеничная хлебопекарная		
Высшего сорта	2,0	–
Первого сорта	1,0	6,0

При контрольном определении за окончательный результат испытания принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального определений не превышает допускаемого расхождения, установленного по результату контрольного определения. При превышении значения допускаемого расхождения за окончательный результат испытания принимают результат контрольного определения.

2.2.5 Определение гранулометрического состава муки

В макаронном производстве существенное значение имеет выравненность используемой муки по гранулометрическому составу. Частицы муки различных размеров обладают разной водопоглотительной способностью, что сказывается на свойствах макаронного теста и, как следствие, на качестве и потребительских достоинствах готовой продукции.

Гранулометрический состав муки определяют на лабораторном рассеве с частотой вращения 180-200 об./мин или вручную. Перед определением подбирают необходимый набор сит (таблица 17). При пользовании шелковыми ситами для их очистки на каждое из них кладут по 5 резиновых кружочков диаметром 1 см, толщиной 0,3 см, массой 0,5 г. Затем на верхнее сито насыпают муку массой 100 г. Сито покрывают крышкой, укрепляют его в рассеве и начинают просеивать, включив электродвигатель. Длительность просеивания составляет 10 мин. Остаток муки на верхнем сите и проход через нижнее сито, полученные по окончании просеивания, высыпают по отдельности на стеклянную доску, переносят в заранее взвешенную чашечку и взвешивают с точностью до 0,01 г. Результаты взвешивания выражают в процентах к массе муки. Резиновые кружки можно удалить как до взвешивания, так и после него. В последнем случае их массу нужно вычесть из общей массы.

Таблица 17
Наборы сит для оценки гранулометрического состава пшеничной хлебопекарной муки и пшеничной макаронной муки

Размер отверстий сит, мкм:	
для макаронной муки	для хлебопекарной муки
450	160
300	122
250	87
200	
180	
132	

При оценке гранулометрического состава макаронной муки оценивают выравненность помола, а хлебопекарной муки - количество мелкой (проход с 87-го сита) и крупной фракций (сход с 160-го сита). Характеристики погрешности измерения следующие: предел повторяемости - 0,5 %; предел воспроизводимости – 1 % [3].

2.2.6 Определение массовой доли сырой клейковины

Определение количества сырой клейковины проводят по ГОСТ 27839. Данный стандарт распространяется на пшеничную муку

и устанавливает методы определения количества клейковины (комплекса белковых веществ, способных при набухании в воде образовывать связную эластичную массу) путем отмывания ее из теста с помощью механизированных средств.

При подготовке пробы для определения количества клейковины в муке из твердых и мягких высокостекловидных пшениц для макаронных изделий высшего и первого сортов проводят дополнительное размалывание анализируемой муки. С этой целью отбирают навеску муки массой 30 г и размалывают на лабораторной мельнице типов У1-ЕМЛ, ЛМТ-1, ЛМЦ-1М или аналогичных мельницах. Проход сита № 38 из шелковой ткани или полиамидной № 41/43 ПА должен быть не менее 60 %.

Подготовка к анализу заключается в следующем:

- подготовку к работе приборов и работу на них осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации;
- для замеса и отлежки теста, отмывания и отлежки клейковины применяют питьевую воду или раствор, подготовленный с помощью стабилизатора состава воды У1-ЕСС-60;

- жесткость воды питьевой должна быть не более 7 моль/м³;
- температуру воды для замеса и отлежки теста, а также отмывания и отлежки клейковины поддерживают от 18 до 20 °С с помощью стабилизатора температуры воды У1-ЕСТ. При отсутствии стабилизатора допускается поддерживать заданную температуру путем смешивания воды различной температуры;
- объем воды для замеса теста должен соответствовать требованиям таблицы 18.

При использовании дозатора воды ДВЛ-3 (рисунок 14) и тестомесилки ТЛ1-75 замес теста проводят следующим образом.

Таблица 18
Количество воды на замес для определения количества клейковины

Масса навески муки, г	Объем воды, см ³
25,00	14,0
30,00	17,0
35,00	20,0
50,00	28,0



Рис. 14. Дозатор воды лабораторный ДВЛ-3

Переключением лимба на дозаторе устанавливают дозу воды 14 мл и нажатием рукоятки вниз до упора выпускают ее в дежу тестомесилки. Затем навеску муки массой 25,00 г высыпают в дежу, которую вставляют в корпус головки тестомесилки. Включают тумблер и нажимают кнопку «Пуск». По окончании замеса дежу снимают, извлекают тесто, сформованное в виде цилиндра. Затем очищают штифты и дежу от возможных остатков теста и присоединяют их к общей массе.

При неравномерном замесе теста, не вынимая его из дежи, повторно нажимают кнопку «Пуск».

Для замеса теста возможно использовать тестомесилки других марок, например показанных на рисунке 15.

При отсутствии тестомесилки ТЛ1-75 и дозатора воды ДВЛ-3 замес теста и дозировании воды допускается проводить вручную. Мерным цилиндром отмеривают 14 см³ воды, выливают в чашку или ступку и высыпают навеску муки массой 25,00 г. Пестиком или шпателем замешивают тесто, пока оно не станет однородным.

Приставшие к пестику или ступке частицы присоединяют к куску теста, хорошо проминают его руками и скатывают в шарик.

Если отмытой клейковины окажется менее 4 г, то навеску муки увеличивают с таким расчетом, чтобы обеспечить выход сырой клейковины не менее 4 г.



Тестомесилка У1-ЕТК-1М принципиально отличается от тестомесилки ТЛ1-75 размещением в корпусе тестомесилки узла дозирования, позволяющего с высокой точностью отмеривать воду для замеса теста из 25, 30, 35 и 50 г навесок шрота и муки.



Тестомесилка ТЛ-2 состоит из следующих составных частей: дежи (цилиндрического стакана из небьющегося пластика вместимостью 250 см³), месильной головки, привода, панели управления, электропанели, корпуса.

Рис. 15. Тестомесилки

Отмывание клейковины на устройстве МОК-1 и МОК-1М. При отмывании клейковины на устройстве МОК-1 и МОК-1М (рисунок 16) тесто сразу после замеса раскатывают специальным приспособлением, смоченным водой, в пластину толщиной от 1,0 до 1,5 мм и помещают на 10 мин в емкость с водой (количество воды не менее 1 дм³).

Если тесто при замесе образует несвязную, крошащуюся массу, его, не раскатывая, помещают в закрытую емкость (без воды) на 17 мин, а затем раскатывают в пластину и на 2,0-2,5 мин опускают в воду.

По окончании отлежки пластину теста извлекают из воды, сжимают рукой в комок и делят на шесть произвольных кусочков, которые закладывают в предварительно смоченную водой рабочую камеру устройства МОК-1 и МОК-1М в центральной части окружности нижней деки. Режим и параметры отмывания клейковины указаны в таблице 19.



Рис. 16. Устройство МОК-1М

Таблица 19

Режим и параметры отмывания клейковины

Параметры отмывания клейковины	Режим отмывания клейковины для хлебопекарной муки сортов:		Режим отмывания клейковины для макаронной муки сортов:		
	высшего и первого из мягкой пшеницы	второго из твердой пшеницы	высшего	первого	высшего и первого из твердой пшеницы
			из мягкой пшеницы		
1	2	3	4	5	6
I этап отмывания					
Рабочий зазор в камере устройства, мм	7	7	7	7	7
Длительность отмывания, мин	3	3	3	3	5
Расход промывной воды, дм ³ /мин	0,30-0,35	0,30-0,35	0,35-0,40	0,35-0,40	0,35-0,40 (последние 2 мин 0,50-0,60)
Направление подачи воды	Снизу-вверх				

Продолжение таблицы 19

1	2	3	4	5	6
II этап отмывания					
Рабочий зазор в камере устройства, мм	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Длительность отмывания, мин	7	8	6	7	8
Расход промывной воды, дм ³ /мин	0,30-0,35	0,30-0,35	0,35-0,40 (первые 2 мин 0,50-0,60)	0,35-0,40 (первые 2 мин 0,50-0,60)	0,35-0,40
Направление подачи воды	снизу-вверх	снизу-вверх	снизу-вверх (последние 2 мин – сверху-вниз)		
III этап отмывания					
Рабочий зазор в камере устройства, мм	7	7	7	7	7
Длительность отмывания, мин	2	2	2	2	2
Расход промывной воды, дм ³ /мин	0,30-0,35	0,30-0,35	0,35-0,40	0,35-0,40	0,35-0,40
Направление подачи воды	Снизу-вверх				

Если тесто образует при замесе несвязную, крошащуюся массу, то отмывание клейковины проводят по режимам, указанным в таблице 20.

Отмытую клейковину отжимают одноразовым прессованием между ладонями, вытирая их сухим полотенцем, и взвешивают с точностью до 0,01.

Таблица 20
Режим и параметры отмывания клейковины из крошащегося теста

Параметры отмывания клейковины		Режим отмывания клейковины из крошащегося теста для макаронной муки второго сорта из твердой пшеницы
I этап отмывания		
Рабочий зазор в камере устройства, мм		7
Длительность отмывания, мин		3
Расход промывной воды, дм ³ /мин		0,25-0,30
Направление подачи воды	Снизу-вверх	
II этап отмывания		
Рабочий зазор в камере устройства, мм		1,5
Длительность отмывания, мин		8
Расход промывной воды, дм ³ /мин		0,25-0,30
Направление подачи воды	Снизу-вверх	
III этап отмывания		
Рабочий зазор в камере устройства, мм		7
Длительность отмывания, мин		2
Расход промывной воды, дм ³ /мин		0,25-0,30
Направление подачи воды	Снизу-вверх	
Контроль чистоты отмывания отрубянистых частиц, оставшихся на ловушечном сите:		
Рабочий зазор в камере устройства, мм		0,5
Длительность отмывания, мин		4
Расход промывной воды, дм ³ /мин		0,25-0,30 (первые 2 мин без протока воды)
Направление подачи воды	Снизу-вверх	
Примечание - В процессе III этапа отмывания кусочки клейковины на верхнем ловушечном сите собирают и присоединяют их к основной массе.		

Количество сырой клейковины (X) вычисляют с точностью до второго десятичного знака по формуле

$$X = \frac{m_k \cdot 100}{m_m}, \% \quad (5)$$

где m_k – масса сырой клейковины, г;

T_m – масса навески муки, г.

Отмывание сырой клейковины с помощью устройства для отмывания клейковины. Определение количества клейковины проводят по ГОСТ Р 51412. Данный стандарт устанавливает метод определения содержания сырой клейковины в муке пшеничной из мягкой пшеницы (*Triticum aestivum L.*) механизированным способом и применяется при экспортно-импортных операциях и научно-исследовательских работах.

В соответствии с данным стандартом сырая клейковина в пшеничной муке – это пластично-эластичное вещество, состоящее из двух белковых фракций – глиадина и глютенина – в гидратированной форме, получаемое методом, установленным в стандарте.

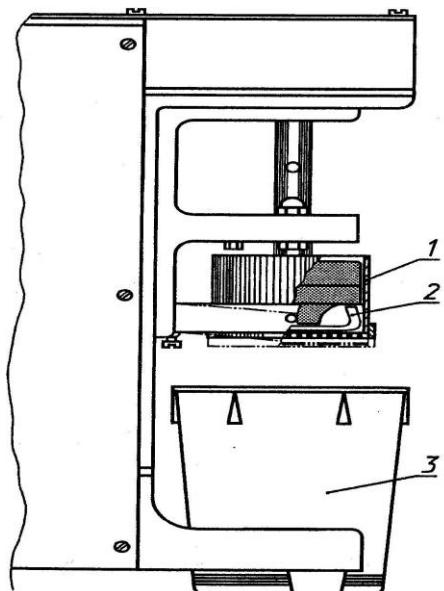
Метод состоит в приготовлении теста из пробы пшеничной муки и буферного раствора хлористого натрия, выделении сырой клейковины отмыванием буферным раствором хлористого натрия, удалении излишка раствора из клейковины центрифугированием и взвешивании остатка.

Для приготовления буферного раствора хлористого натрия 200 г хлористого натрия (NaCl) растворяют в воде, добавляют 7,54 г однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4) и 2,46 г двузамещенного фосфорнокислого натрия ($\text{NaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Раствор разбавляют водой до 10 дм³. Проверяют pH раствора (pH должна быть равна 5,95), используя потенциометр, и, если необходимо, регулируют. Готовят раствор в день использования. Перед использованием проверяют температуру раствора, которая должна быть от 15 до 25 °С.

Применяя данный метод, используют автоматический прибор для определения клейковины, например «Глютоматик 2200», представленный на рисунке 17.

Анализируемую пробу муки предварительно тщательно перемешивают и определяют влажность по ГОСТ 29143.

Из пробы выделяют навеску массой ($10,00 \pm 0,01$) г и переносят в смесительно-промывочную камеру прибора, перфорированная пластина которой должна быть предварительно очищена и увлажнена буферным раствором хлористого натрия.



- 1 – смесительная (промывочная) камера;
 2 – тестомесилка;
 3 – резервуар для сбора выходящего вещества.

Рис. 17. Автоматический прибор для определения клейковины Глютоматик 2200

Работу по замесу теста и отмыванию из него клейковины выполняют в соответствии с правилами эксплуатации прибора. Операция по замесу теста и отмыванию из него клейковины — непрерывный процесс, осуществляемый автоматическим прибором. Время приготовления теста – 20 с, но может быть изменено, если это необходимо. Время отмывания 5 мин. Объем требуемого буферного раствора хлористого натрия во время операции по отмыванию обычно составляет от 250 до 280 см³; раствор поступает автоматически при заданной постоянной скорости потока от 50 до 54 см³/мин (в зависимости от прибора).

К навеске пшеничной муки дозатором добавляют от 4,9 до 5,2 см³ буферного раствора хлористого натрия.

Для пшеничной муки, имеющей высокое или низкое содержание клейковины, предварительным испытанием определяют объем буферного раствора хлористого натрия, необходимого для приготовления теста. Минимальный объем буферного раствора хлористого натрия, используемый для приготовления теста, должен быть не менее 4,2 см³. Добавляют объем буферного раствора хлористого натрия, определенный предварительным испытанием, к навеске, используя дозатор.

Во время отмывания клейковины ведут наблюдение за прозрачностью раствора, выходящего из смесительно-промывочной камеры. Тесто считают достаточно отмытым, если в выходящем растворе содержаться только следы крахмала (выходящий раствор прозрачный). Для обнаружения крахмала в выходящем растворе используют раствор йода.

Если в процессе автоматического отмывания клейковина не достаточно отмыта, осуществляют одну из следующих операций:

- а) во время отмывания добавляют в смесительно-промывочную камеру объем буферного раствора хлористого натрия;
- б) регулируют прибор для повторного отмывания.

После завершения отмывания сырую клейковину пинцетом извлекают из смесительно-промывочной камеры. Разделяют клейковину на две равные порции и помещают шарики клейковины на перфорированные лотки центрифуги, слегка прижав их. Излишек раствора из клейковины удаляют с помощью центрифуги в течение 60 с.

Затем клейковину пинцетом извлекают и немедленно взвешивают с точностью до 0,01 г.

Проводят два последовательных определения на той же пробе.

Содержание сырой клейковины (К) к массе навески (мука влажностью 14,0 % (по массе)), вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{m_0} \cdot \frac{86}{100 - w(H_2O)} \cdot 100, \% \quad (6)$$

где т — масса сырой клейковины, г;

т₀ — масса навески, г;

w (H₂O) — влажность навески (по массе), %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух определений при условии, что удовлетворяется требование сходимости.

При содержании сырой клейковины от 29,4 % до 38,5 % (по массе) расхождение между результатами двух определений, полученными в быстрой последовательности или одновременно при использовании одного и того же оборудования на той же пробе, не должно превышать 1,0 %.

Отмывание клейковины вручную. Определение количества клейковины проводят по ГОСТ 27839.

Сущность метода заключается в отмывании клейковины и последующем ее взвешивании.

Подготовка к анализу осуществляется так же, как и при отмывании клейковины механизированным способом с помощью устройств для отмывания МОК-1 и МОК-1М.

Объем воды для замеса теста должен соответствовать требованиям таблицы 6.

При отмывании клейковины вручную тесто, сформованное на тестомесилке в виде цилиндра, или скатанное в шарик при замесе вручную, помещают в чашку, закрывают крышкой или часовым стеклом (для предотвращения заветривания) и оставляют его на 20 мин для отлежки.

По истечении 20 мин начинают отмывание клейковины под слабой струей воды над ситом. Вначале отмывание ведут осторожно, разминая тесто пальцами, чтобы вместе с крахмалом не оторвались кусочки теста или клейковины. Когда большая часть крахмала и оболочек удалена, отмывание ведут энергичнее между обеими ладонями. Оторвавшиеся кусочки клейковины тщательно собирают с сита и присоединяют к общей массе клейковины.

При отсутствии водопровода допускается отмывание клейковины в емкости с 2-3 дм³ воды. Для этого тесто опускают в воду на ладони и разминают его пальцами. Промывную воду меняют 3–4 раза по мере накопления в ней крахмала и оболочек, процеживая ее через сито для улавливания частичек клейковины, которые присоединяются к общей массе клейковины.

Когда большая часть крахмала будет отмыта и клейковина, сначала мягкая и рвущаяся, станет более связанной и упругой, разминание и промывание можно вести энергично до тех пор, пока промывная вода не перестанет быть мутной. Отмывание ведут до тех

пор, пока оболочки не будут почти полностью отмыты, и вода, стекающая при отжимании клейковины, не будет прозрачной (без муты).

Отмытую клейковину отжимают прессованием между ладонями, вытирая их сухим полотенцем. При этом клейковину несколько раз выворачивают и снова отжимают между ладонями, пока она снова не начнет слегка прилипать к рукам.

Отжатую клейковину взвешивают с точностью до второго десятичного знака, затем еще раз промывают в течение 5 мин, вновь отжимают и взвешивают. Если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,1 г, отмывание считают законченным.

Обработка результатов осуществляется так же, как и при отмывании клейковины механизированным способом с помощью устройства МОК-1 и МОК-1М.

Определение содержания сырой клейковины по ГОСТ 28796. Сущность метода заключается в подготовке теста из пробы муки и буферного раствора поваренной соли, выделении сырой клейковины отмыванием теста буферным раствором поваренной соли с последующим удалением излишка отмывающего раствора и взвешиванием остатка.

Метод применим к пшеничной муке (промышленной и экспериментальной, но не к грубой муке из цельносмолотой пшеницы) и используется в экспортных операциях, а также при проведении научно-исследовательских работ.

Для проведения анализа следует отвесить (с погрешностью 0,01 г) 10,00 г муки и перенести без потерь в ступку или металлический сосуд. Далее добавляют капля за каплей 5,5 см³ раствора поваренной соли (для его приготовления растворяют 200 г поваренной соли в воде, добавляют 7,54 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 2,46 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, разбавляют водой до 10 дм³) из buretki, в то же время непрерывно перемешивая муку шпателем. Затем смесь перемешивают шпателем и формуют шарик из теста, следя за тем, чтобы не было потери муки. Остатки теста, прилипшие к стенке сосуда или к шпателю, присоединяют к шарику из теста.

Для обеспечения однородности теста раскатывают шарик ладонью руки на длину 7-8 см на шероховатой стеклянной пластине размером около 40x40 см, а затем снова формуют его. Во время этой

операции на руках должны быть резиновые перчатки для защиты теста от теплоты и пота рук. Повторяют эту операцию пять раз.

Отмывание можно выполнять или с использованием механического устройства с последующим отмыванием вручную, или, если устройства для отмывания клейковины нет, полностью отмыванием вручную.

Отмывание вручную. Во избежание возможной потери теста соответствующие операции необходимо выполнять над деревянной рамкой, обтянутой шелковым ситом.

Берут шарик теста в руку и устанавливают падение капель раствора поваренной соли из емкости с регулируемым истечением раствора, используемого для отмывания, со скоростью, обеспечивающей истечение 750 см^3 за 8 мин. В течение этого периода последовательно раскатывают шарик теста, расплющивают его, растягивают на два куска, затем формуют их в один кусок; повторяют эти операции семь раз.

Продолжительность отмывания зависит от содержания клейковины, но обычно около 8 мин.

Механическое отмывание. Помещают шарик теста в устройство для отмывания клейковины и увлажняют его несколькими каплями раствора поваренной соли из емкости с регулируемым истечением раствора. Отмывают тесто в устройстве в соответствии с инструкцией изготовителя в течение 10 мин. раствором поваренной соли. Для этой операции использовать около 400 см^3 раствора.

После механического отмывания проводят отмывание вручную, которое обычно продолжается не более 2 мин.

Отмывание считается законченным, если в отжатом из шарика клейковины растворе поваренной соли содержатся только следы крахмала. Для обнаружения крахмала используют приблизительно 0,001 Н раствор йода.

Далее удаляют из шарика клейковины большую часть раствора без отмывания, удерживая его пальцами одной руки и непродолжительно сжимая три раза, формируют шарик клейковины в виде пластинки и поместить в пресс для клейковины. Пресс закрывают и снова открывают его через 5 с, переносят пластинку клейковины, не деформируя ее, на другое сухое место на прессе и снова закрывают пресс. Повторяют эту операцию 15 раз, высушивая стеклянные пластинки пресса после каждой операции.

Взвешивают отжатую на прессе клейковину с погрешностью 0,01 г.

Выполняют два определения на одной и той же пробе для анализа.

Количество сырой клейковины К, выраженной в процентах к массе исходного продукта, равна

$$K = m \cdot 100 / 10 = 10 \cdot m, \% \quad (7)$$

где m - масса сырой клейковины, г.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух определений. Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же лаборантом с использованием одной и той же аппаратуры не должно превышать 0,5 % сырой клейковины.

2.2.7 Определение качества сырой клейковины

Определение качества сырой клейковины проводят по ГОСТ 27839.

Отмытую клейковину оценивают органолептически по ее цвету и физическим показателям. Цвет клейковины должен быть светлый или светло-желтый.

О физических свойствах судят по растяжимости и эластичности клейковины, которые определяют после установления ее цвета. Для этого из отжатой клейковины на лабораторных весах берут навеску 4 г. Отвешенный кусочек клейковины обминают пальцами 3-4 раза и формуют в шарик, который помещают в чашечку с водой, температурой 18-20 °C, на 15 мин, после чего устанавливают растяжимость и эластичность.

Под растяжимостью клейковины понимают свойство ее растягиваться в длину. Для определения растяжимости клейковину берут тремя пальцами обеих рук и над линейкой с миллиметровыми делениями равномерно растягивают до разрыва так, чтобы все растягивание продолжалось около 10 секунд. При растягивании не допускается подкручивание клейковины. В момент разрыва клейковины отмечают длину, на которую она растянулась. По растяжимости клейковина характеризуется следующим образом:

короткая (при растяжимости до 10 см), средняя (от 10 до 20 см) и длинная (свыше 20 см).

Эластичностью клейковины называется ее свойство восстанавливать первоначальную форму после снятия растягивающего усилия. Об эластичности клейковины можно судить по ее поведению при определении растяжимости, кроме того, устанавливают эластичность отдельных кусочков клейковины, оставшихся после определения растяжимости. Кусочек клейковины тремя пальцами обеих рук растягивают над линейкой с миллиметровыми делениями примерно на 2 см и отпускают или кусочек клейковины сдавливают между большим и указательным пальцами. По степени и скорости восстановления первоначальной длины или формы кусочка клейковины судят об ее эластичности. Эластичные свойства клейковины из муки нормального качества находятся в обратной зависимости от ее растяжимости: чем более растяжима клейковина, тем она менее эластична.

Свойства слабой и сильной клейковины после того, как ее отмыли из муки и положили в воду, неодинаковы. Слабая клейковина или тотчас же после ее отмывания, или даже при отмывании образует сплошной липкий комочек с большой растяжимостью. После нескольких часов отлежки такой клейковины в воде (30°C) она сильно расплывается, почти полностью теряет эластичность и способность сопротивляться растяжению. Очень слабая клейковина при этом превращается в липкую тянущуюся kleеобразную массу. Сильная (крепкая) клейковина тотчас после отмывания обычно образует плохо слипающиеся отдельные дольки или сплошной упругий комочек губчатого строения. По мере отлежки под водой комочек клейковины приобретает однородное строение, растяжимость клейковины несколько увеличивается.

Определение качества сырой клейковины на приборах ИДК/1 (ИДК-1М) или ИДК-2. Определение качества клейковины на приборе ИДК-1 (ИДК-1М) или ИДК-2 проводится по ГОСТ 27839.

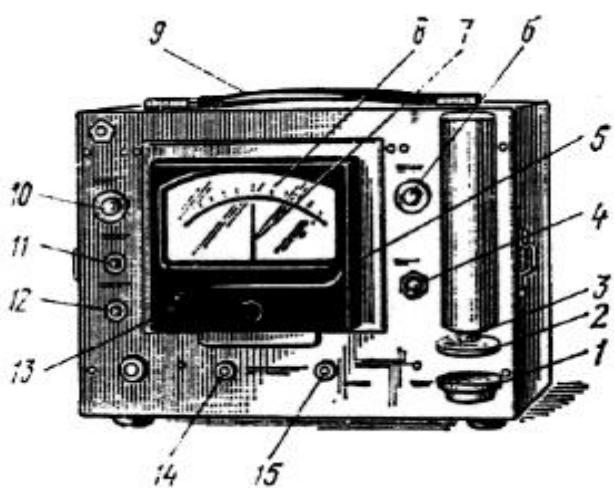
Прибор ИДК-1 (рисунок 18), предназначен для определения способности клейковины оказывать сопротивление деформирующей нагрузке сжатия.

Сущность метода заключается в определении качества клейковины путем измерения ее упруго-эластичных свойств.

Подготовку к работе приборов и работу на них осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации.



ИДК-1М



ИДК-1:

- 1 - опорный столик;
- 2 - пуансон;
- 3 - верхнее положение пуансона;
- 4 - включатель;
- 5 - микроамперметр;
- 6 - сигнальная лампочка «сеть»;
- 7 - стрелка-указатель;
- 8 - шкала;
- 9 - ручка для переноса прибора;
- 10 - кнопка «отсчет»;
- 11 - кнопка «пуск»;
- 12 - кнопка «тормоз»;
- 13, 14, 15 - детали для калибровки прибора и регулирования положения стрелки-указателя на шкале прибора

Рис. 18. Приборы ИДК-1 и ИДК-1М

Для отлежки клейковины применяют питьевую воду или раствор, подготовленный с помощью стабилизатора состава воды У1-ЕСС-60. Жесткость питьевой воды должна быть не более 7 мг-экв/л. Температуру воды для замеса и отлежки теста, а также отмывания и отлежки клейковины поддерживают от 18 до 20 °С с помощью стабилизатора температуры воды У1-ЕСТ. При отсутствии стабилизатора допускается поддерживать заданную температуру путем смешивания воды различной температуры.

Для определения качества клейковины из окончательно отмытой, отжатой и взвешенной клейковины выделяют навеску массой 4 г.

Для формовки клейковины на приспособлении У1-УФК выделенную навеску помещают на столик для раскатки, прижимают

формующей планкой (плоскостью, противоположной ограничительному кольцу) и расплющивают до образования пластины толщиной не более 3 мм. При формовке слабой клейковины во избежание ее расплывания расплощивание проводят планкой с ограничительным кольцом. После расплощивания клейковины на нее накладывают планку так, чтобы центр фильеры совпадал с центром пластины клейковины. Легким нажимом на планку клейковину направляют в фильеру и круговыми движениями формуют ее в шарик. Оставшуюся в фильере клейковину выдавливают с помощью фишки. Для этого планку с клейковиной накладывают фильерой на фишку. Продолжая прижимать левой рукой планку с клейковиной к фишке, правой рукой берут зажим, раскрывают и обхватывают им наружную конусную поверхность фильеры у основания шарика клейковины. Формующую планку приподнимают левой рукой, правой берут закрытый зажим с шариком. Поверхность шарика должна быть гладкой, без разрывов с равномерным распределением клейковины под зажимом. Если шарик клейковины имеет неправильную форму, с разрывами или под зажимом нет равномерного распределения, необходимо провести формовку повторно, но не более трех раз.

При отсутствии приспособления формовку клейковины допускается проводить вручную. Для этого навеску клейковины обминают три-четыре раза пальцами, придавая ей шарообразную форму с гладкой, без разрывов поверхностью. Если клейковина крошащаяся, представляет собой после отмывания губчатообразную, легко рвущуюся массу и не формуется в шарик, ее относят к III группе без определения качества на приборе.

Шарик клейковины, сформованный на приспособлении или вручную, помещают для отлежки в кювету или чашку с водой, температурой от 18 до 20 °C, и ставят в емкость с 2-3 дм³ воды указанной выше температуры.

Продолжительность отлежки клейковины перед определением качества при отмывании на устройстве МОК-1 и МОК-1М составляет: 10 мин (при отлежке теста 10 мин) и 15 мин (при отлежке теста 20 мин). При отмывании клейковины вручную продолжительность отлежки клейковины составляет 15 мин.

После отлежки шарик клейковины вынимают из кюветы или чашки и помещают его основанием в центр столика прибора ИДК-1

(ИДК-1М) или ИДК-2. При этом с шарика, сформованного на приспособлении У1-УФК, снимают зажим.

Для измерения упругих свойств клейковины на приборе ИДК-1 (ИДК-1М) нажимают кнопку «Пуск» и, удерживая ее в нажатом состоянии 2-3 с, отпускают. Пуансон опускается и сжимает клейковину в течение 30 с. По истечении указанного времени перемещение пуансона автоматически прекращается, загорается лампочка «Отсчет» и производят снятие показаний на шкале прибора. Затем нажимают кнопку «Тормоз» и поднимают пуансон в верхнее исходное положение, снимают со столика образец клейковины и вытирают сухой мягкой тканью диски пуансона и столика. Для измерения упругих свойств клейковины на приборе ИДК-2 нажимают клавишу «Пуск». При загорании индикатора «Результат» с табло снимают и записывают показания прибора. После автоматического возвращения пуансона в верхнее положение загорается индикатор «Готов» и клейковину снимают со столика прибора.

За показатель качества клейковины принимают среднеарифметическое двух параллельных определений. При контрольных и арбитражных анализах допускается отклонение ± 5 единиц шкалы прибора.

Результаты измерений упругих свойств клейковины выражают в условных единицах прибора и в зависимости от их значения клейковину относят к соответствующей группе качества согласно требованиям таблицы 21. Чем выше указанная способность образца, тем меньше он сожмется и тем меньшая величина ($H_{\text{деф}}^{\text{ИДК}}$) будет зафиксирована на шкале прибора.

Определение качества клейковины на приборе «Структурометр СТ-1». Данный метод относится к общепринятым (нестандартным), используется для пшеничной муки и устанавливает метод определения качества клейковины путем измерения ее упруго-эластичных и когезионных свойств [8].

Для определения качества клейковины из окончательно отмытой, отжатой и взвешенной клейковины выделяют навеску массой 4 г.

Шарик клейковины, сформованный на приспособлении или вручную, помещают для отлежки в кювету или чашку с водой, температурой от 18 до 20 °С, и ставят в емкость с 2-3 дм³ воды указанной выше температуры и выдерживают 10-20 минут в зависимости

Таблица 21

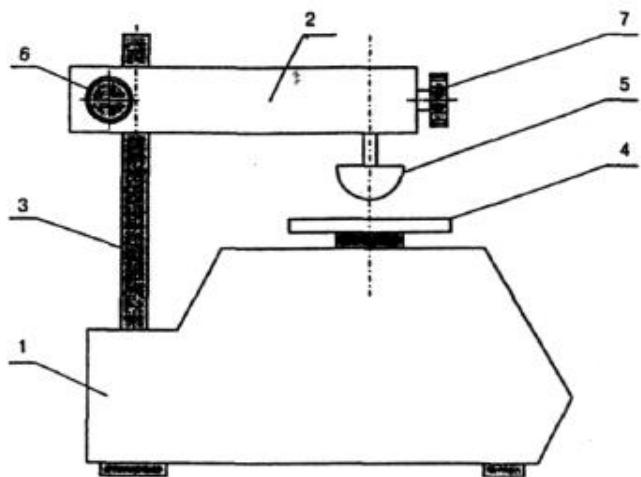
*Качественная характеристика клейковины пшеничной муки
по показателю ИДК*

Группа качества	Характеристика клейковины	Показания прибора в условных единицах			
		Хлебопекарная мука сортов		Макаронная мука сортов высшего и первого из пшеницы	
		высшего, первого, обойной	второго	твердой	мягкой
III	Неудовлетворительная крепкая	0-30	0-35	-	-
II	Удовлетворительная крепкая	35-50	40-50	-	-
I	Хорошая	55-75	55-75	50-80	50-75
II	Удовлетворительная слабая	80-100		85-105	80-100
III	Неудовлетворительная слабая	105 и более		110 и более	105 и более

от способа отмывания клейковины.

Принцип действия прибора «Структурометр СТ-1» основан на измерении силы взаимодействия неподвижного инструмента и исследуемой пробы продукта, расположенной на столике, который перемещается с заданной скоростью.

Схема прибора «Структурометр СТ-1» представлена на рисунке 19.



- 1 – блок управления;
- 2 – измерительная головка;
- 3 – штанга;
- 4 – столик;
- 5 – инструмент;
- 6,7 - винты

Рис. 19. Схема прибора «Структурометр СТ-1»

«Структурометр СТ-1» представляет собой устройство, включающее блок управления 1, сменные измерительные головки 2 и набор сменных инструментов и приспособлений 5.

Блок управления 1 представляет собой настольный блок, в верхней части которого находится столик 4 и вертикальная штанга 3. При помощи шагового двигателя столик 4 может перемещаться в вертикальном направлении с заданной скоростью. Над столиком размещается измерительная головка 2, которая перемещается вдоль штанги и фиксируется в любом месте с помощью винта 6. Винты 7 служат для закрепления в измерительной головке сменного инструмента 5. На лицевой панели блока управления размещаются элементы управления и индикации.

Подготовка устройства к работе заключается в следующем: устанавливают измерительную головку 2 на штангу 3 и фиксируют ее с помощью винта 6. Подсоединяют устройство к электрической сети переменного тока напряжением 220 В и частотой 50 Гц. Включают выключатель. По включению питания автоматически происходит тестирование системы управления устройства. Если в результате тестирования неисправностей не обнаружено, столик перемещается в крайнее нижнее положение и на индикаторе появляется слово "Алейрон", что означающее, что устройство готово к работе.

«Структурометр СТ-1» имеет 8 режимов работы.

Для определения упругих свойств клейковины используют режим 1. Устанавливают специальную насадку, представляющую собой поршень, в гнездо измерительной головки и закрепляют ее с помощью винта. Исследуемый образец клейковины помещают на столик. Если необходимо, приближают насадку к образцу, опуская головку, либо поднимая столик. Вводят коэффициент сжатия $k = 9$. Задают режим 1 работы прибора (режим определения упругих и пластических деформаций). Нажимают кнопку «ВК». Затем устанавливают значения задаваемых величин: усилие касания $F_0 = 0,5$ Н; скорость перемещения столика $v = 100$ мм/мин; максимальное усилие, до которого будет нагружаться проба в ходе эксперимента $F = 10$ Н. Выполняют измерение. В момент остановки перемещения пуансона деформация пробы достигает максимального значения – H_1 (общая деформация пробы, мм). При полном снятии нагрузки деформация H_2 (пластическая деформация пробы, мм) оказывается не равной нулю, что свидетельствует о проявлении пластических свойств.

Упругую деформацию сырой клейковины (H_3) вычисляют по формуле

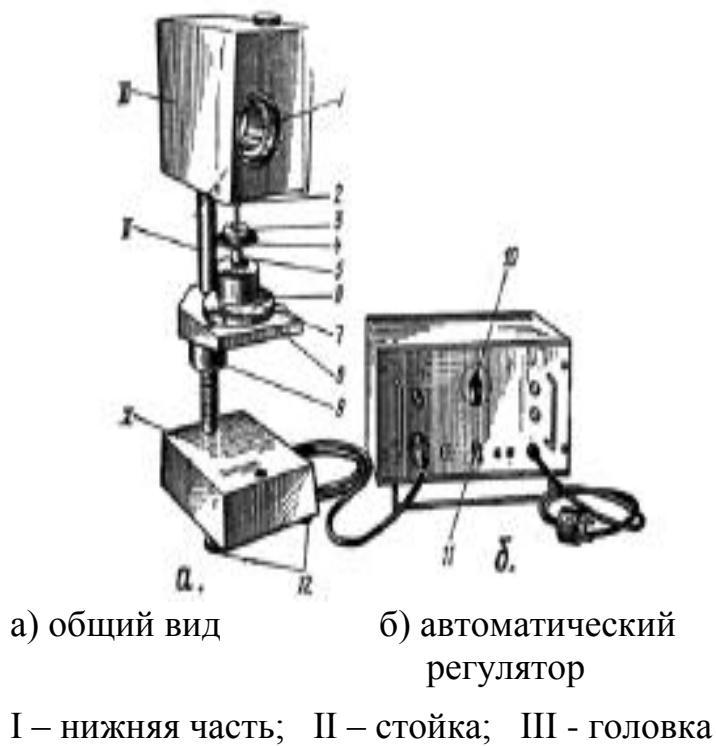
$$H_3 = H_1 - H_2, \text{ ед. пр.} \quad (8)$$

где H_1 – общая деформация пробы, мм;
 H_2 – пластическая деформация пробы, мм.

В макаронном производстве первостепенное значение имеют связующие свойства клейковины, определяемые глиадиновой фракцией белка. Для определения связующих свойств клейковины пшеничной муки (когезионной прочности) используется режим 3. Установив специальное приспособление на столик прибора, закрепляют требуемый инструмент (поршень) в гнездо измерительной головки, задают режим, нажимают кнопку «вк», задать начальное усилие $F_0 = 0,5$ Н. Затем нажимают кнопку «вк», задают скорость движения столика $v=100$ мм/мин, вновь нажимают кнопку «вк», задают конечное усилие $F = 50$ Н, нажимают кнопку «вк», задают продолжительность паузы $T = 300$ сек, нажимают кнопку «вк». Затем нажимают кнопку «старт», столик начнет перемещаться вверх с заданной скоростью. По достижении заданного конечного усилия столик остановится и будет фиксироваться в таком положении в течение 300 сек. Затем столик начнет перемещаться в крайнее нижнее положение. На индикатор выводится усилие отрыва инструмента от образца клейковины. Режим 3 завершен. Данное усилие отрыва характеризует когезионную прочность клейковины.

Определение качества клейковины на приборе «Пенетрометр АП-4/2» [7]. При оценке сжимаемости клейковины на приборе «Пенетрометр АП-4/2» (рисунок 20), как и на приборе ИДК-1, определяется способность клейковины оказывать сопротивление деформирующей нагрузке сжатия. С помощью особого приспособления образец клейковины массой 4 г сжимается между двумя параллельными плоскостями под действием системы сжатия массой 100 г в течение 5 с. Толщина образца клейковины после 5 с сжатия является показателем $H_{сж}$ и характеризует качество клейковины.

Пенетрометр состоит из нижней части I, стойки II с подъемным столиком и верхней части - головки III. Для установления оси системы погружения (или сжатия) в строго вертикальном положении прибор снабжен регулировочными винтами 12 и уровнем. Подъемный столик имеет центрирующий диск 6 для установления опорной плоскости. Столик прибора в вертикальное направление перемещается штурвалом 9. На передней части головки имеется смотровое окошко, на стекле которого нанесена контрольная черта. Система погружения (или сжатия) прибора включает втулку 2 массой 7 г, тело сжатия 4 (или погружения) массой 5 г, закрепляющееся во втулке стопорным винтом, а также трубку и микрошкалу, расположенные в корпусе головки III, массой 14 г. Суммарная масса системы погружения (или сжатия) прибора составляет 26 г.



- 1 – смотровое окошко;
- 2 – втулка;
- 3 – дополнительный груз;
- 4 – тело сжатия;
- 5 – проба;
- 6 – центрирующий диск;
- 7 – стаканчик;
- 8 – подъемный столик;
- 9 – штурвал;
- 10 – ручка автоматического регулятора;
- 11 – переключатель;
- 13 – регулировочные винты

Rис. 20. Прибор «Пенетрометр АП-4/2»

Для определения величины $H_{сж}$ клейковины на стержень тела сжатия надевают дополнительный груз 3 с прорезью массой 74 г. При этом общая масса системы нагружения достигает 100 г.

Определение сжимаемости клейковины проводят в следующем порядке:

- 1) проводят предварительную подготовку прибора к работе, для

чего стержень тела сжатия закрепляют стопорным винтом во втулке системы сжатия пенетрометра;

2) стержень тела сжатия берут левой рукой, а правой нажимают на красную кнопку, находящуюся на автоматическом регуляторе, растормаживая этим систему нагружения. Придерживая левой рукой, опускают тело сжатия до упора на поверхность опорной плоскости. При этом против контрольной черты смотрового окошка должна быть расположена линия проекции шкалы, точно соответствующая 200 единицам шкалы прибора. Если эти линии не совпадают, то вращением штурвала перемещают подъемный столик и добиваются их совмещения. Затем систему нагружения поднимают в крайнее верхнее положение. На стержень надевают дополнительный груз;

3) подготовленную клейковину массой 4 г кладут в центр опорной плоскости. Ручку автоматического регулятора устанавливают в положение, соответствующее 5 сек. Растормаживают систему сжатия, нажав зеленую кнопку на автоматическом регуляторе. Она свободно опускается, доходит до шарика клейковины и сжимает его. Через 5 сек. система автоматически затормаживается. При этом в смотровом окошке фиксируется величина перемещения тела сжатия H_1 . Тогда высота пробы клейковины в сжатом состоянии, т.е. величина сжатия, $H_{сж}$, будет равна $H_{исх} - H_1$ единиц шкалы прибора.

По величине $H_{сж}^{API}$ клейковину делят на следующие группы в соответствии с таблицей 22.

Таблица 22
Характеристика клейковины

Характеристика клейковины	Показания прибора, усл.ед.
Неудовлетворительно крепкая	более 85
Удовлетворительно крепкая	85..70
Хорошая	69..55
Удовлетворительно слабая	54..43
Неудовлетворительно слабая	Менее 43

2.2.8 Определение содержания сухой клейковины

Определение содержания сухой клейковины в пшеничной муке проводят по ГОСТ 28797.

Метод применим к различным сортам муки из мягкой пшеницы и используется в экспортных операциях, а также при проведении научно-исследовательских работ.

На металлическую или стеклянную пластину 5x5 см предварительно взвешенную с погрешностью до 0,01 г, поместить отжатую сырью клейковину, сформованную в виде шарика, затем взвесить пластину с сырой клейковиной с погрешностью до 0,01 г.

Поместить пластину и навеску в сушильный шкаф с температурой 130 °С примерно на 2 ч. Вынуть пластину из шкафа и сделать 3-4 параллельных надреза на частично высушенной клейковине с помощью скальпеля или ножа. Затем снова поместить в шкаф примерно на 3 ч, так чтобы общее время сушки составило 5 ч.

Вынуть пластину с сухой клейковиной и охладить их в эксикаторе до температуры лаборатории (примерно 30 мин), затем взвесить с по грешностью до 0,01 г.

Содержание сухой клейковины K_c в процентах к массе продукта равно

$$K_c = [(m_1 - m_0) / m] \cdot 100, \% \quad (9)$$

где m_1 – масса пластины и сухой клейковины, г;

m_0 – масса пластины, г;

m – масса навески, взятая для определения сухой клейковины, г (т. е. 10,00 г по ГОСТ 28796).

2.2.9 Определение влажности и влагоемкости сырой клейковины

Определение влажности сырой клейковины в пшеничной муке проводят по ГОСТ 28797.

Влажность сырой клейковины $W_{c.k.}$ в процентах равна

$$W_{c.k.} = (m_2 - m_1) \cdot 100 / (m_2 - m_0), \% \quad (10)$$

где m_2 - масса пластины и сырой клейковины, г;

m_1 – масса пластины и сухой клейковины, г;

m_0 – масса пластины, г;

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же лаборантом с использованием одной и той же аппаратуры, не должно превышать 0,5 % сухой клейковины.

Водопоглотительную способность (влагоемкость) сырой клейковины определяют нестандартным общепринятым способом. Навеску отмытой сырой клейковины массой 4-5 г, помещают в предварительно высушенный и взвешенный бумажный пакет, высушивают на приборе ПИВИ (или других аналогичных приборах) в течение 10 мин. (5 мин. с одной стороны, затем пакет переворачивают и сушат 5 мин. с другой стороны), охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Водопоглотительная способность (влагоемкость) (ВЕ) клейковины определяют по формуле

$$BE = (m_2 - m_1) \cdot 100 / (m_1 - m), \% \quad (11)$$

где m_2 – масса бумажного пакета с навеской клейковины до высушивания, г;

m_1 – масса бумажного пакета с навеской клейковины после высушивания, г;

m – масса бумажного пакета, г.

В данной формуле разница между массой бумажного пакета с навеской клейковины после высушивания и массой бумажного пакета составляет содержание сухой клейковины во взятой навеске сырой клейковины. Далее следует осуществить пересчет на 100 г муки с учетом ранее установленного количества сырой клейковины в конкретном образце муки.

2.2.10 Определение водопоглотительной способности муки

Определение водопоглотительной способности муки по количеству поглощенной воды. Настоящий метод относится к общепринятым (нестандартным) и применяется при анализе пшеничной муки [5, 6, 7].

Водопоглотительная способность муки характеризуется количеством воды (в %), которое поглощает мука при образовании теста нормальной консистенции, замешенного из 100 г муки. Она зависит от свойств белков и крупности помола. Более тонкоизмельченная

мука из одно и того же зерна одинакового выхода имеет большую водопоглотительную способность.

Водопоглотительную способность определяют двумя способами: по определенному количеству воды и количеству муки.

В первом случае в чашку насыпают доверху муку, приглаживают и посередине делают шпателем или ложкой углубление. Затем отмеривают пипеткой определенное количество водопроводной воды (10 или 20 см³) и замешивают с мукой вначале шпателем, а затем проминая тесто руками. Замешивание заканчивают, когда тесто получится нужной консистенции. После этого тесто взвешивают и высчитывают, какое количество воды связывают 100 г муки. Опыт повторяют 2-3 раза, выбирая тесто, наиболее удовлетворительное по консистенции.

При определении водопоглотительной способности муки вторым способом взвешивают 50 г муки, всыпают в фарфоровую чашку, постепенно приливают в нее из бюретки воду комнатной температуры и замешивают тесто. Воду приливают до получения теста нормальной консистенции. Тесто должно быть равномерно перемешанным, без комочеков муки, сухим на ощупь, не прилипающим к пальцам.

Водопоглотительную способность, определяемую первым способом, вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot a}{b - a}, \% \quad (12)$$

где X – водопоглотительная способность муки, %;

а - количество водопроводной воды, см³;

в – масса теста, г.

Для расчета водопоглотительной способности, определяемой вторым способом, количество кубических сантиметров воды, потребовавшейся на замешивание теста, необходимо умножить на два.

Кроме этого, водопоглотительную способность муки определяют с помощью таких приборов, как валориграф (по ГОСТ Р 51414), фаринограф (по ГОСТ Р 51404), экстенсограф (по ГОСТ Р 51409) в процессе исследования реологических свойств мучного теста.

2.2.11 Оценка качества крахмал пшеничной муки

Крахмал, являющийся основной по массе частью муки (около 4/5 сухих веществ муки), является одним из структурообразующих компонентов макаронного теста и определяет его технологические свойства на всех этапах приготовления теста.

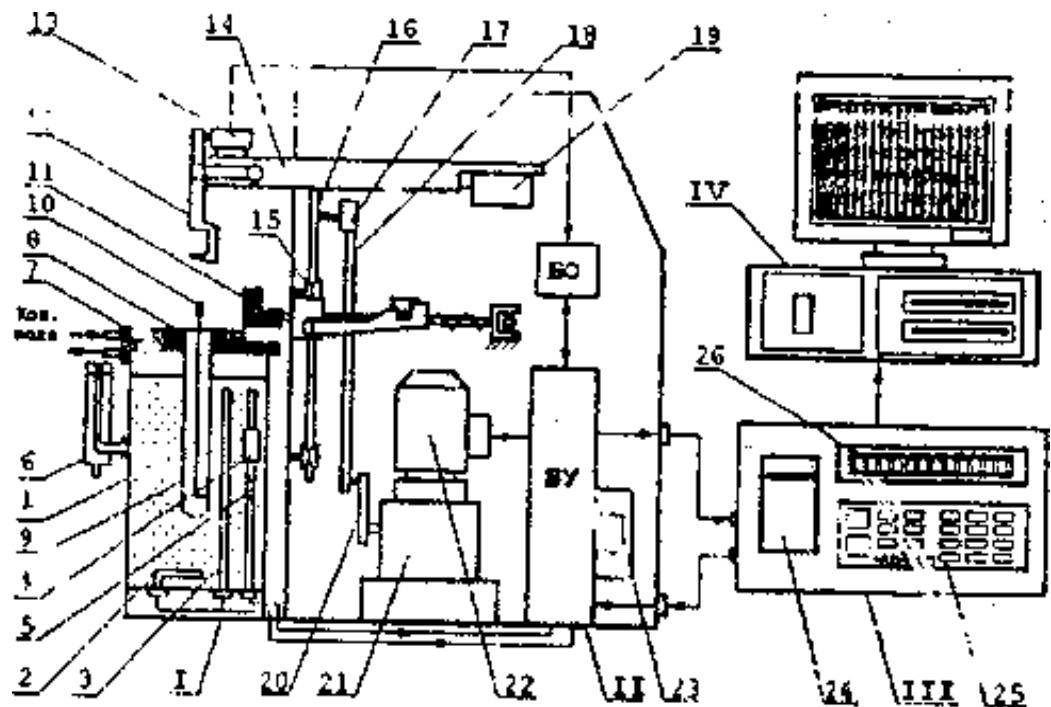
Для оценки состояния углеводно-амилазного комплекса муки и, в частности, крахмала на кафедре технологии хлебопекарного производства МГУПП (в сотрудничестве с фирмами НПФ «Радиус» и «Алейрон») был разработан информационно-измерительный комплекс (рисунок 21), который позволяет оценить состояние углеводно-амилазного комплекса ржаной и пшеничной муки по следующим показателям: «число падения»; начальная температура клейстеризации крахмала; максимальная вязкость крахмального геля; температура максимальной вязкости; скорость деструкции крахмального геля; критерий автолитической активности [8].

Амилотест АТ-97 состоит из водяной бани 1 с охлаждающей крышкой 7, в которую устанавливается кассета 8 с двумя вискозиметрическими пробирками 9, заполненными исследуемыми пробами водно-мучной суспензии. В состав прибора входит электромеханический блок 11, обеспечивающий перемешивание водно-мучной суспензии с помощью захватов 12 и специальных штоков 10 и позволяющий измерять «число падения» с помощью герконовых датчиков, установленных в фиксирующем рычаге 11. Пульт управления 111 обеспечивает выбор необходимого режима работы прибора. Вывод измеряемых параметров осуществляется на цифровой индикатор и на встроенное цифропечатающее устройство пульта управления, а также на монитор персонального компьютера.

Количество муки, необходимое для проведения анализа, составляет 14 г (две пробирки по 7 г при влажности муки 15 % в соответствии с требованиями международных и отечественных стандартов).

Информационно-измерительный комплекс работает в 4-х режимах.

В соответствии с нормативными документами мука пшеничная из мягких пшениц оценивается по показателю «число падения» (режим 1). Для получения макаронных изделий высокого качества имеют существенное значение температура клейстеризации крахмала, размер крахмальный зерен и степень механического разрушения нативной структуры крахмальных зерен (режим 2).



I - водяная баня; II - электромеханический блок; III - пульт управления; IV - персональный компьютер.

1 - цилиндрический сосуд; 2 - горизонтальный ТЭН; 3 - вертикальный ТЭН; 4 - датчик уровня; 5 - датчик температуры; 6 - сливное устройство; 7 - крышка охлаждающая; 8 - кассета для пробирок; 9 - пробирка; 10 - шток; 11 - фиксирующий рычаг; 12 - захват штоков; 13 - датчик усилия; 14 - кронштейн; 15 - ролики; 16 - направляющая; 17 - толкатель; 18 - шатун; 19 - электромагнит; 20 - кулиса; 21 - редуктор; 22 - электродвигатель; 23 - трансформатор; 24 - термопечатающее устройство; 25 - клавиатура; 26 - индикатор

Рис. 21. Схема амилотеста АТ-97

Определение автолитической активности муки по показателю «число падения». Автолитической активностью муки называется способность ее образовывать водорастворимые вещества при прогреве водно-мучной суспензии. Эта способность зависит от активности ферментов и податливости субстрата, на который они действуют. Число падения является показателем вязкости, характеризующей активность α -амилазы по степени разжижения клейстеризованной водно-мучной суспензии, и представляет собой продолжительность падения штока в секундах. Метод определения вязкости основан на быстрой клейстеризации суспензии муки в воде с последующим определением ее вязкости по времени падения специального штока-мешалки. Чем активнее α -амилаза муки, тем больше разжижается клейстеризованная водно-мучная суспензия и

тем меньше время падения штока, а следовательно, и показатель вязкости.

При определении числа падения испытуемую муку сравнивают с характеристиками, данными в нормативных документах. Определение числа падения осуществляют по ГОСТ 27676.

При определении «числа падения» из средней пробы отбирают не менее 300 г муки, просеивают через сито 0,8 мм и определяют ее влажность по ГОСТ 9404-88.

Из анализируемой муки для параллельного определения выделяют по две навески, массу которых в зависимости от влажности определяют по таблице 23. Навески заданной массы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Таблица 23
Масса навески муки в зависимости от ее влажности

Влажность муки, %	Масса навески, г	Влажность муки, %	Масса навески, г
9,0-9,1	6,40	13,7-14,3	6,90
9,2-9,6	6,45	14,4-14,6	6,95
9,7-10,1	6,50	14,7-15,3	7,00
10,2-10,6	6,55	15,4-15,6	7,05
10,7-11,3	6,60	15,7-16,1	7,10
11,4-11,6	6,65	16,2-16,6	7,15
11,7-12,3	6,70	16,7-17,1	7,20
12,4-12,6	6,75	17,2-17,4	7,25
12,7-13,3	6,80	17,5-18,0	7,30
13,4-13,6	6,85		

Перед определением автолитической активности продукта (за 20 минут) прибор включают в сеть и нажимают на блоке управления клавишу «РЕЖ», с помощью которой выбирают «РЕЖ 1 - Определение числа падения», и нажимают клавишу «ВК». На цифровом индикаторе появляется надпись «НАГРЕВ» и значение текущей температуры « $t = \dots ^\circ\text{C}$ »; после достижения температуры водяной бани « $t = 100 ^\circ\text{C}$ » надпись «НАГРЕВ» пропадает, прибор готов к работе.

Навески муки (две пробы по 7 г с базисной влажностью 15 %) помещают в две вискозиметрические пробирки, в которые заливают

дистиллированную воду (по $25\pm0,2$ мл), закрывают их резиновыми пробками и энергично встряхивают 20-25 раз для получения однородной суспензии. Затем по очереди вынимают пробки, очищают их о край пробирки и колесиком специального штока перемещают прилипшие частицы продукта со стенок пробирок в общую массу суспензии. Пробирки с образцами водно-мучной суспензии и вставленными в них штоками устанавливают в специальную кассету и помещают в «водяную баню» (при температуре 100°C), отжимают специальный захват, который фиксирует кассету с пробирками и штоками в водяной бане, и нажимают клавишу «СТАРТ», после чего включаются два электронных секундомера. После прогрева суспензии в покое в течение 5 с содержимое пробирок перемешивается электромеханическим блоком с помощью штоков в течение 55 с, а затем штоки отпускаются. Таким образом контролируется их свободное падение в пробирках с клейстеризованной водно-мучной суспензией из верхнего фиксированного положения в нижнее. После опускания левого или правого штока соответствующий электронный секундомер блока управления останавливается. После эксперимента на цифровом индикаторе загораются значения «чисел падения» для левой и правой пробирок. «Число падения» определяют с помощью приведенной ниже формулы

$$\text{ЧП} = t_1 + t_2 + t_{\text{опускания}}, \quad (13)$$

где t_1 - продолжительность прогрева водно-мучной суспензии в покое (5с);

t_2 - продолжительность прогрева водно-мучной суспензии в процессе перемешивания (55 с);

$t_{\text{опускания}}$ - продолжительность опускания штоков в клейстеризованной водно-мучной суспензии, определяемой ее автолитической активностью.

Чем выше вязкость крахмального геля, тем больше значение «числа падения» и тем меньше автолитическая активность исходного продукта.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов параллельного определения двух навесок, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % от их средней арифметической величины. При

превышении допускаемого расхождения определение повторяют. Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением результата до целого числа.

2 режим - «Амилограмма». Изменение вязкости крахмального геля определяют при нагревании водно-мучной суспензии от 25 до 100 °C с линейной скоростью нагрева от 1 до 6 °C/мин (с дискретностью 1 °C/мин).

В данном режиме определяют начальную температуру клейстеризации крахмала, максимальную вязкость крахмального геля, температуру максимальной вязкости, вязкость (по величине усилия перемещения штоков).

Для работы в этом режиме прибор включают в сеть и нажимают клавишу «РЕЖ» на блоке управления, с помощью которой выбирают «РЕЖ 2 - АМИЛОГРАММА». Нажимают на клавишу «КОД» и на цифровом табло высвечивается надпись «ВВОД ПАРАМЕТРОВ», с помощью клавиши «*» вызываются параметры работы прибора во втором режиме и устанавливаются их значения: « $t_{нагр} = 100$ °C» и « $V_{нагр} = 3$ °C/мин»; каждый параметр вводится в память микроконтроллера с помощью клавиши «ВК». После этого нажимается клавиша «РЕЖ» два раза и на цифровом табло высвечивается надпись «РЕЖ 2 - АМИЛОГРАММА». Прибор готов к работе.

Навески муки готовятся так же, как и при определении «числа падения». Пробирки с образцами водно-мучной суспензии и вставленными в них штоками устанавливают в специальную кассету и помещают в «водянную баню» (при температуре 25 °C), отжимают специальный захват, который фиксирует кассету с пробирками и штоками в водяной бане, и нажимают клавишу «ВК», после чего электромеханический блок с помощью штоков перемешивает содержимое пробирок в процессе нагрева водяной бани до температуры 100 °C. При нагревании суспензии продукта вязкость ее меняется за счет клейстеризации крахмала.

Характерная кривая изменения вязкости водно-мучной суспензии в процессе ее нагревания от 25 до 100 °C (с определенной скоростью) приведена на рисунке 22.

Определение реологических характеристик клейстеризованной водно-мучной суспензии на приборе «AMYLOGRAPH» [8].

Прибор амилограф (рисунок 23) предназначен для контроля кинетики реологического поведения клейстеризованной водно-мучной суспензии и определения начальной температуры клейстеризации

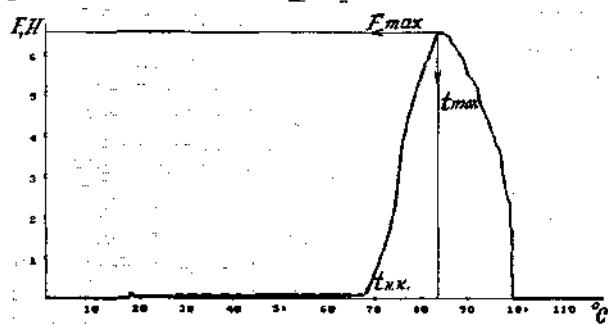


Рис. 22. Амилограмма пшеничной муки высшего сорта с параметрами: F_{\max} - максимальная вязкость крахмального геля, Н, $F_{\text{нач.кл.}}$ - температура начала клейстеризации крахмала, $^{\circ}\text{C}$, t_{\max} - температура максимальной вязкости крахмального геля, $^{\circ}\text{C}$

крахмала ($t_{\text{нк}}$); максимальной вязкости крахмального геля по крутящему моменту ($M_{\text{кр}}$) и температуры клейстера, соответствующей его максимальной вязкости (t_m). Контролируемые параметры позволяют определять автолитическую активность хлебопекарной пшеничной муки и оценивать качество любого крахмалосодержащего сырья.

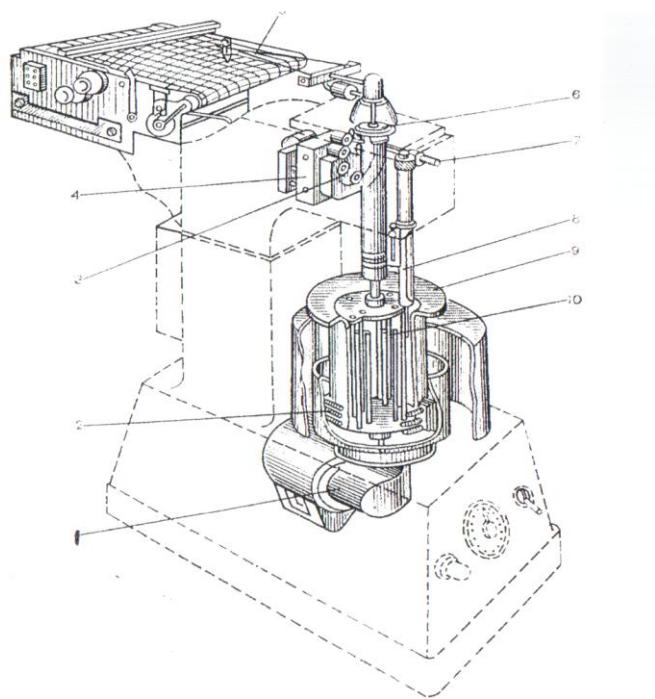


Рис. 23. Прибор амилограф

Измеряемым параметром в амилографе является величина крутящего момента (в условных единицах) на валу диска со штифтами,

обусловленного вязкостью клейстеризованной водно-мучной суспензии и передаваемого ему за счет вращения стакана, в котором находится суспензия. На рисунке 24 приведена классическая амилограмма пшеничной муки.

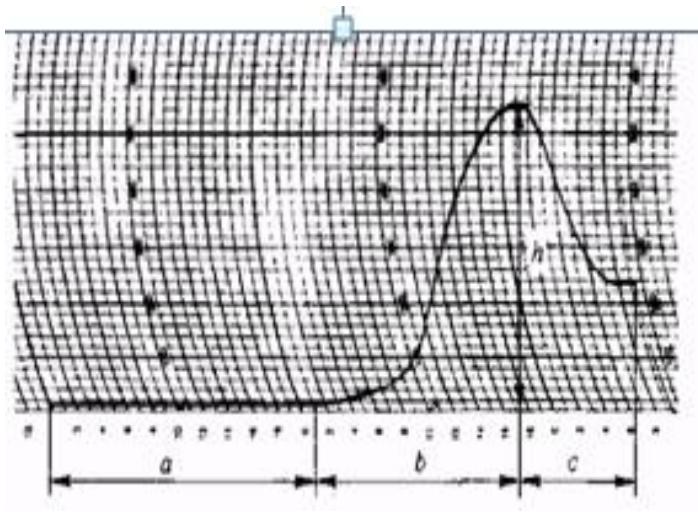


Рис. 24. Амилограмма пшеничной муки:

а – изменение вязкости водно-мучной суспензии до начала клейстеризации крахмала; б – от начала клейстеризации крахмала до достижения максимальной вязкости клейстера; с – снижение вязкости клейстера от точки максимального значения до его температуры 100 °C; *h* – максимальная вязкость клейстера, ед. амил.

Амилограф, функциональная схема которого представлена на рисунке 23, состоит из вращающегося сосуда 1, приводимого в движение синхронным двигателем 4 и заполняемого водно-мучной суспензией, электронагревательных элементов 6, диска со штифтами 2, поворачивающегося на определенный угол в зависимости от вязкости суспензии и являющегося чувствительным элементом прибора совместно с пружиной 3, сопротивление кручению которой преодолевается при повороте диска со штифтами на определенный угол в зависимости от вязкости получаемой клейстеризованной водно-мучной суспензии, контактного термометра 7, обеспечивающего определенную скорость нагрева суспензии, и самопишущего устройства 5, вычерчивающего на ленте кривые изменения вязкости клейстеризованной суспензии - АМИЛОГРАММУ.

Для анализа пшеничной муки берут навеску массой 80 г при базисной влажности 14,0 %. Водно-мучную суспензию готовят из 80 г муки и 450 мл дистиллированной воды в течение 2-3 мин с помощью специальной мешалки, а затем выливают в сосуд 1 амилографа.

На рисунке 25 показан прибор «Амилограф – Е», выпускаемый фирмой «Brabender» (Германия). Этой же фирмой выпускаются другие приборы для исследования реологического поведения

клейстеризованной суспензии крахмалосодержащего сырья: Viscograph Pt100 и Viscograph E (рисунок 26), а также Микро Виско-Амилограф (рисунок 27).



Рис. 25. Амилограф-Е



Рис. 26. Вискограф-Е



Рис. 27. Микро Виско-Амилограф

Определение автолитической активности автолизом.
Определение автолитической активности муки проводится по ГОСТ 27495.

Сущность метода заключается в определении количества водорастворимых веществ, образующихся при прогревании водно-мучной болтушки, с помощью рефрактометра (может быть использован рефрактометр марки РПЛ-2 или аналогичного типа с погрешностью измерения не более 0,04 % сухих веществ по сахарозе) (рисунок 28).



Рефрактометр лабораторный
ИРФ-454Б2М



Рефрактометр лабораторный
РПЛ-4

Rис. 28. Рефрактометры лабораторные

Во взвешенный на лабораторных весах стаканчик со стеклянной палочкой, остающейся в нем в течение всего определения, отвешивают $(1,00 \pm 0,05)$ г анализируемой муки с точностью до 0,01 г, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают палочкой. Стаканчики с пробами одновременно погружают в кипящую водяную баню. Если анализируется меньше 6 проб, то в свободные гнезда вставляют стаканчики с 10 см^3 воды. После погружения стаканчиков в гнезда уровень жидкости в них должен быть на 0,75–1 см ниже уровня воды в бане. Расстояние между дном бани и стаканчиком должно быть 2–3 см.

Прогревание проводят в течение 15 мин. Первые 2–3 мин содержимое стаканчиков перемешивают палочкой для равномерной клейстеризации крахмала муки, причем перемешивают одновременно

в двух стаканчиках. По окончании клейстеризации для предохранения от испарения воды стаканчики накрывают стеклянными воронками.

После 15-минутного прогрева от момента погружения все стаканчики одновременно вместе с крышкой вынимают из бани и в каждый из них немедленно приливают по $(20 \pm 0,02)$ см³ дистиллированной воды, энергично перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Затем содержимое стаканчиков доводят на весах дистиллированной водой до $(30 \pm 0,05)$ г с точностью до 0,01 г, для чего требуется прилить около 0,15-0,2 г воды.

После тщательного перемешивания до появления пены содержимое стаканчиков фильтруют через складчатый фильтр диаметром около 8 см из среднефильтрующей бумаги. Так как масса получается трудно фильтрующейся из-за своей вязкости, то на фильтр не рекомендуется переносить осадок. Первые 2 капли фильтрата отбрасываются, а последующие 2-3 капли стеклянной палочкой наносят на призму рефрактометра.

Фильтрование проводят непосредственно перед рефрактометрированием.

Следует иметь в виду, что температурные колебания оказывают большое влияние на правильность отсчета показания прибора, поэтому при работе с рефрактометром нужно обращать внимание на отклонения температуры уже в 0,2 °C и вводить соответствующие поправки (таблица 24).

Для пересчета на сухое вещество определяют влажность муки по ГОСТ 9404.

Количество водорастворимых веществ в муке (Х) в пересчете на сухое вещество выражают в процентах и вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100}{100 - W_m}, \% \quad (12)$$

где a – количество сухих веществ, определяемых по таблице, прилагаемой к рефрактометру, или непосредственно на шкале прибора, умноженное на 30 %;

W_m – влажность муки, %.

Таблица 24

Поправки к показаниям рефрактометра при отклонении температуры от 20 °C

Тем- пе- рату- ра (в °C)	Единицы шкалы рефрактометра										
	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Отнять от найденных показаний рефрактометра											
10	1,40	1,60	1,70	1,90	2,00	2,15	2,30	2,40	2,50	2,65	2,80
11	1,30	1,40	1,55	1,70	1,80	1,95	2,10	2,20	2,30	2,40	2,55
12	1,20	1,30	1,40	1,55	1,65	1,75	1,90	2,00	2,05	2,20	2,30
13	1,05	1,15	1,25	1,35	1,45	1,55	1,65	1,75	1,80	1,90	2,00
14	0,90	1,00	1,10	1,20	1,30	1,40	1,45	1,50	1,55	1,65	1,70
15	0,80	0,85	0,90	1,00	1,10	1,15	1,20	1,30	1,30	1,40	1,45
16	0,60	0,70	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00	1,05	1,10	1,15
17	0,50	0,50	0,55	0,60	0,65	0,70	0,80	0,80	0,80	0,85	0,85
18	0,35	0,35	0,40	0,40	0,45	0,50	0,50	0,50	0,55	0,55	0,60
19	0,15	0,20	0,20	0,20	0,25	0,25	0,25	0,25	0,30	0,30	0,30
Прибавить к найденным показаниям рефрактометра											
21	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,25	0,25	0,30	0,30	0,30	0,30
22	0,35	0,40	0,40	0,45	0,50	0,50	0,50	0,55	0,60	0,60	0,60
23	0,55	0,60	0,60	0,70	0,70	0,80	0,80	0,85	0,85	0,90	0,95
24	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00	1,05	1,10	1,15	1,20	1,25
25	0,90	1,00	1,10	1,15	1,20	1,30	1,35	1,40	1,45	1,50	1,60
26	1,10	1,15	1,20	1,40	1,45	1,55	1,65	1,70	1,75	1,85	1,95
27	1,40	1,45	1,60	1,70	1,75	1,85	1,95	2,00	2,05	2,10	2,20
28	1,60	1,70	1,80	1,95	2,00	2,10	2,25	2,30	2,40	2,50	2,60
29	1,80	1,95	2,05	2,20	2,30	2,40	2,55	2,65	2,75	2,85	3,00
30	2,10	2,20	2,30	2,50	2,60	2,75	2,85	2,95	3,20	3,20	3,30

Вычисления проводят с точностью до первого десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 3 %.

Округление результатов испытаний проводят следующим образом: если первая из отбрасываемых цифр меньше пяти, то последнюю сохраняющую цифру не меняют; если первая из отбрасываемых цифр больше или равна пяти, то последнюю сохраняющую цифру увеличивают на единицу.

2.3 Специальные методы исследования качества пшеничной муки

2.3.1 Определение титруемой кислотности муки

Кислотность – это показатель, позволяющий судить о свежести муки или условиях ее хранения. Мука с повышенной кислотностью – это мука либо хранившаяся длительное время, либо хранившаяся при неблагоприятных условиях: повышенной температуре и влажности. Мука с высокой кислотностью требует более тщательного органолептического контроля, так как может оказаться прогорклой. Титруемая кислотность муки обуславливается содержанием в ней свободных кислот и кислых солей; она называется также общей. Выражают титруемую кислотность в градусах, под которыми понимают количество кубических сантиметров 1 Н раствора щелочи, расходуемой на нейтрализацию кислот и кислореагирующих соединений, содержащихся в 100 г муки.

Кислая реакция муки обуславливается наличием в ней свободных жирных кислот, кислых фосфатов, белковых веществ, имеющих кислую реакцию, свободных органических кислот, которые в очень небольшом количестве содержатся в муке (щавелевая, яблочная и др.).

При хранении муки происходит увеличение титруемой кислотности в результате расщепления сложных соединений и превращения их в продукты, имеющие кислый характер. Особая роль в этих превращениях принадлежит ферменту липазе, расщепляющему содержащийся в муке жир на глицерин и свободные жирные кислоты. Кроме того, идет расщепление белка на аминокислоты, фосфатидов – на кислые фосфаты. Высокая температура склада и повышенная влажность могут ускорить нарастание кислотности как вследствие повышения активности ферментов муки, так и в результате жизнедеятельности бактерий. Кислотность муки, в основном характеризуя ее свежесть, в какой–то степени зависит также и от выхода муки. При одинаковой длительности и условиях хранения титруемая кислотность выше у муки большего выхода.

Определение кислотности муки по болтушке осуществляется по ГОСТ 27493.

Сущность метода заключается в титровании гидроокисью натрия всех кислореагирующих веществ муки.

Из пробы, предназначеннной для испытания, берут две навески продукта каждая массой по $(5,0 \pm 0,1)$ г, высыпают в сухие конические колбы и приливают по $(50 \pm 0,1)$ см³ дистиллированной воды. Содержимое колб немедленно перемешивают взбалтыванием до исчезновения комочеков.

В полученную болтушку из пшеничной муки добавляют три капли 3 %-ного раствора фенолфталеина. Затем болтушку взбалтывают и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³. Титрование ведется каплями равномерно с замедлением в конце реакции при постоянном взбалтывании содержимого колбы до появления ясного розового окрашивания, не исчезающего при спокойном стоянии колбы в течение 20-30 с.

Если по истечении указанного времени розовое окрашивание после взбалтывания исчезает, то прибавляют еще 3-4 капли раствора фенолфталеина. Если при этом появится розовое окрашивание, то титрование считают законченным. В противном случае титрование продолжают. Объем раствора, используемого на титрование, определяется с погрешностью $\pm 0,05$ см³.

Если при определении кислотности исходная болтушка получается интенсивно окрашенной, необходимо иметь для сравнения другую болтушку из испытываемого продукта и при титровании постоянно сравнивать получаемый оттенок с начальным цветом болтушки.

Кислотность каждой навески продукта (Х) в градусах кислотности определяют объемом 1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, требующегося для нейтрализации кислоты в 100 г продукта и вычисляют по формулам

$$X = \frac{V \cdot 100}{m \cdot 10}, \text{ град.} \quad (15)$$

$$\text{или } X = V \cdot 2, \text{ град.} \quad (16)$$

где V – объем раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (с учетом поправочного коэффициента к титру гидроокиси натрия, использованного на титрование), см³;

m – масса навески продукта, г;

$\frac{1}{10}$ - коэффициент пересчета 0,1 моль/дм³ раствора щелочи на 1 моль/дм³.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 град.

При контрольных определениях кислотности допускаемое расхождение между контрольным и первоначальным (средним арифметическим результатом двух параллельных определений) определениями не должно превышать 0,5 град.

При контрольном определении за окончательный результат испытания принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального определений не превышает допускаемое значение. Если расхождение превышает допускаемое значение, за окончательный результат испытания принимают результат контрольного определения.

2.3.2 Определение активности протеолитических ферментов муки

Данный метод относится к общепринятым (нестандартным), используется для муки и устанавливает метод определения активности протеолитических ферментов путем определения количества продуктов гидролитического расщепления [9,10].

Протеолитические ферменты катализируют расщепление белковых веществ до пептидов и дальнейший гидролиз этих продуктов до аминокислот. Активность протеаз обычно учитывают по количеству освобождающихся аминных или карбоксильных групп в навеске материала за определенный промежуток времени.

Навеску муки 10 г помещают в колбу на 100 см³ и заливают 50 см³ дистиллированной воды, предварительно нагретой до 40 °C, затем прибавляют 20 см³ буферной смеси с pH 4,6-4,7 и несколько капель толуола в качестве антисептика. После тщательного перемешивания, закрыв колбу для предотвращения испарения, смесь ставят в термостат при 40 °C на 4 ч, взбалтывая через каждые 15 мин. По истечении указанного срока к смеси прибавляют 20 см³ дистил-

лированной воды и 5 см³ 20 %-ной трихлоруксусной кислоты, интенсивно встряхивая колбу; после 15 мин отстаивания фильтруют смесь через плотный фильтр (желательно через тонкий слой кизельгур). В прозрачном фильтрате определяют азот методом Несслера.

10 см³ фильтрата помещают в мерную колбу на 100 см³, добавляют воды до половины объема, приливают 4 см³ 25 %-ного раствора сегнетовой соли и перемешивают. Доводят общий объем в колбе до 90 см³ водой, приливают 4 см³ реактива Несслера и доводят объем до метки. Содержание в растворе аммонийного азота устанавливают по калибровочной кривой образцовых растворов. Для приготовления этих растворов в колбы на 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 см³ образцового раствора хлористого аммония, добавляют воды до половины объема, раствор сегнетовой соли и реактив Несслера. Просмотр окраски образцового и испытуемого растворов проводят через 10 минут на фотоэлектроколориметре при длине волны 400 нм.

Содержание аммонийного азота рассчитывают по формуле

$$N = \frac{a \cdot b \cdot 100}{m \cdot c \cdot 1000}, \% \quad (17)$$

где а - количество азота по графику, мг;

б - общий объем раствора, см³ (500);

м - навеска муки, г;

с - объем раствора, взятый для окрашивания, см³.

Одновременно ставят контроль, при этом настаивания в термостате не проводят, а, добавляя те же реагенты, осаждают белки трихлоруксусной кислотой сразу же после получения смеси.

По разнице в содержании осаждаемого трихлоруксусной кислотой азота в контроле и опыте определяют интенсивность протеолиза. Содержание азота принято выражать к общему азоту муки.

2.3.3 Определение наличия α-амилазы в пшеничной муке

Данный метод относится к общепринятым (нестандартным), используется для муки и устанавливает метод определения наличия α-амилазы в пшеничной муке [9, 10].

Амилолитические ферменты катализируют расщепление крахмала до моно- и дисахаридов. При наличии α -амилазы в пшеничной муке после термостатирования водно-мучной суспензии и добавлении в качестве индикатора йода появляется фиолетовая окраска. Если в муке не содержится α -амилаза наблюдается типичное синее окрашивание

25 г муки размешивают со 100 см³ воды, хорошо взбалтывают и помещают в термостат на 30 мин при температуре 30 °С. По истечении указанного времени смесь фильтруют и полученную вытяжку разливают в 10 пробирок, начиная от 0,1 см³ (пробирка № 1) и кончая 1 см³ (пробирка № 10). Во все пробирки добавляют по 9 см³ свежеприготовленного 1 %-ного раствора крахмала и содержимое пробирок доливают водой до 10 см³ (т.е. в пробирку № 1 доливают 0,9 см³ воды, в пробирку № 2 - 0,8 см³ воды и т.д.). Кроме того, в качестве контроля берут еще одну пробирку (№ 11), в которую наливают 9 см³ раствора крахмала и 1 см³ воды.

Немедленно после заполнения пробирки погружают в водяную баню при температуре 40 °С на 30 мин, затем содержимое их быстро охлаждают и в каждую пробирку добавляют по одной капле йодного раствора; получающуюся при этом окраску сразу после добавления йода, тщательно перемешивая, сравнивают с окраской раствора в контрольной пробирки. При быстром исчезновении окраски следует добавить дополнительно еще несколько капель йодного раствора, но во всех случаях одинаковое количество.

Если мука имеет нормальную автолитическую активность, в пробирках наблюдается типичное синее окрашивание.

При наличии в муке α -амилазы появляется фиолетовая окраска, причем, чем активнее α -амилаза взятой муки, тем меньшее количество вытяжки способно вызывать появление фиолетового или даже красно-фиолетового окрашивания.

2.3.4 Определение активности α -амилазы в зерне

Определение активности α -амилазы в зерне проводят по ГОСТ Р 51228.

Данный стандарт устанавливает колориметрический метод определения активности α -амилазы зерна и зерновых продуктов, варьирующей от очень низких до очень высоких значений. Активность α -амилазы продукта равна единице, если фермент, извлеченный из 1 г продукта, в объеме 1 дм³, при определенных

условиях вызывает за 1 секунду гидролитическое расщепление $1,024 \times 10^{-5}$ единиц субстрата β -конечного декстрина в пересчете на единицу наличного субстрата. β -конечный декстрин является продуктом полного расщепления крахмала β -амилазой.

Фермент осуществляет расщепление субстрата - β -конечного декстрина. В ходе реакции через определенные интервалы времени аликовты реакционной смеси добавляют к раствору йода. Снижение интенсивности окраски при увеличении времени реакции характеризует ферментную активность.

Пробу отбирают в соответствии с ГОСТ Р 50436 или ГОСТ ИСО 2170.

Навеску муки просеивают через сито с отверстиями 0,8 мм, разбивая комочки.

Определение влажности анализируемой навески проводят в соответствии с ГОСТ 29143.

Перед проведением испытания осуществляют настройку спектрофотометра или колориметра: в химический стакан емкостью 100 см³ наливают пипеткой 2,0 см³ раствора хлористого кальция и 10,0 см³ разбавленного раствора йода. Доливают из бюретки объем воды, установленный при контроле субстратного раствора, и смешивают. Доводят до 20 °C, поместив химический стакан в водянную баню.

Наполняют кювету этим раствором и помещают ее в спектрофотометр (отрегулированный на длину волны 575 нм) или колориметр (снабженный соответствующим желтым фильтром), и регулируют ширину щели таким образом, чтобы на шкале оптической плотности прибора установился ноль.

Настройку прибора контролируют регулярно в период измерения.

Контроль раствора субстрата осуществляют таким образом. Приливают пипеткой 5,0 см³ раствора конечного декстрина и 15,0 см³ раствора хлористого кальция в химический стакан емкостью 100 см³, перемешивают и переносят 2,0 см³ смеси в другой аналогичный сухой стакан. Сюда же вносят пипеткой 10,0 см³ разбавленного раствора йода и с помощью бюретки необходимый объем воды. Перемешивают содержимое стакана, доводят его температуру до 20 °C погружением стакана в водянную баню.

Заполняют кювету небольшим количеством этой смеси, помещают ее в выбранный прибор и измеряют оптическую

плотность. Кювету, наполненную раствором хлористого кальция и разбавленного йода, используют для сравнения. Методом проб и ошибок подгоняют объем добавляемой воды из бюретки так, чтобы значения оптической плотности находились между 0,55 и 0,60 (5,5 и 6,0 в определенных приборах).

Этот объем воды используют для настройки спектрофотометра, колориметра и при определении всех значений оптической плотности. Если при настройке прибора было использовано другое количество воды, повторяют юстировку с полученным объемом воды.

Далее взвешивают в колбе или пробирке, снабженных пробками, около 5 г муки с точностью $\pm 0,05$ г. К анализируемой навеске добавляют $(100,0 \pm 0,5)$ см³ раствора хлористого кальция, предварительно подогретого до 30 °C в водяной бане, и тщательно смешивают встряхиванием. После 15, 30 и 45 мин вынимают колбу или пробирку из водяной бани, переворачивают вверх дном и обратно 10 раз и вновь погружают в баню. (Постоянное встряхивание дает варьирующие результаты, поэтому не рекомендуется встряхивать чаще указанных периодов времени).

После 60 мин экстракции колбу или пробирку вынимают и без встряхивания немедленно сливают содержимое в пробирку центрифуги или переносят на фильтр. Растворы не следует оставлять в смесительном сосуде. Необходимо либо центрифугировать суспензию в течение 10 мин при 1000-2000 об/мин, либо отфильтровывать требуемое количество, отбрасывая первые капли, до получения прозрачного экстракта. Анализируют жидкость после фильтрования или центрифугирования.

Определение расщепления конечного декстрина проводят следующим образом. 15,0 см³ ферментного экстракта переносят с помощью пипетки в опытную пробирку или колбу емкостью 50 см³, закрывают ее пробкой и погружают в водяную баню при 30 °C. В другую пробирку или колбу заливают около 20 см³ субстрата конечного декстрина, закрывают пробкой и помещают также в водяную баню при 30 °C.

Когда экстракт и субстрат прогреются до 30 °C (приблизительно через 5-10 мин), переносят пипеткой (с быстрым истеканием) 5,0 см³ субстрата в пробирку или колбу, содержащую 15,0 см³ экстракта, закрывают пробкой и перемешивают при энергичном встряхивании. Одновременно с внесением субстрата включают секундомер.

В каждую из опытных пробирок или колб емкостью по 50 см³ вносят пипеткой 10,0 см³ разбавленного раствора йода, добавляют из бюретки объем воды, установленный при контроле субстратного раствора, смешивают путем вращения, закрывают пробки и погружают в водяную баню при 20 °С.

С интервалом 5 или 10 мин выполняют следующие действия:

1) наливают пипеткой 2,0 см³ смеси фермента и субстрата в одну из опытных пробирок или колб, содержащих смесь разбавленного раствора йода и воды;

2) смешивают путем вращения;

3) доводят температуру до 20 °С погружением в водяную баню;

4) заливают в кювету и измеряют оптическую плотность.

Температура растворов в спектрофотометре или колориметре влияет на оптическую плотность и поэтому должна поддерживаться около 20 °С. Временной интервал между отмериванием пипетками и измерением оптической плотности обычно не имеет непосредственного влияния на результаты, но не должен превышать 1 ч. Измерение оптической плотности серии растворов продолжают пока не будет залита пипеткой последняя порция 2 см³ смеси ферментного экстракта и субстрата.

Концентрация фермента в реакционной смеси должна быть подобрана таким образом, чтобы 35 % - 60 % субстрата разложилось в течение 15-40 мин, т.е. последнее значение оптической плотности должно составлять 40 % - 65 % от оптической плотности, полученной при проверке субстратного раствора. Если оптическая плотность уменьшается слишком быстро, необходимо разбавить ферментный экстракт раствором хлористого кальция и провести новое определение. Если амилазная активность пробы низкая, что наблюдается у некоторых проб муки, то необходимо увеличить время реакции до 60 мин и более для получения точных результатов.

Следует учесть:

1) разложение субстрата в диапазоне 35 % - 60 % за определенное время можно легко установить без прибора посредством визуального сравнения. Смешивают 1 часть раствора субстрата конечного декстрина с 3 частями раствора хлористого кальция. Готовят две смеси из 10 см³ разбавленного раствора йода и объема воды, установленного при контроле раствора субстрата. Добавляют к одной из двух смесей 1,3 см³, а к другой 0,8 см³ смеси раствора конечного декстрина и раствора хлористого кальция.

Интенсивность окраски будет соответствовать 35 % и 60 % расщепления. Интенсивность окраски в смесях фермента и субстрата можно визуально сравнить с этими двумя растворами;

2) при всех измерениях соотношение между объемом ферментного экстракта, разбавленного ферментного экстракта или раствора хлористого кальция (при проверке субстратного раствора) и объемом субстрата конечного декстрина должно быть 3:1.

Активность α -амилазы вычисляют по формуле

$$A = \frac{500 \cdot f}{m} \cdot \frac{100}{100-h} \cdot \frac{\lg D_1 - \lg D_2}{t_1 - t_2} = \frac{500 \cdot f \cdot b}{m} \cdot \frac{100}{100-h}, \text{ ед. на а.с.в.} \quad (18)$$

где т – масса продукта, экстрагированная в 100 см³ раствора хлористого кальция, г;

h – влажность, %;

f – коэффициент разбавления, если ферментный препарат был разбавлен перед добавлением субстрата;

D_1 и D_2 – значение оптической плотности, соответствующее временным интервалам t_1 и t_2 ;

t_1 и t_2 – временные интервалы между добавлением субстрата к ферменту и внесением этой смеси в раствор йода, мин;

b – абсолютная величина наклона $\lg D$ по отношению к t.

Примечания:

1. Единица, определенная выше, называется А-единицей. Эмпирически было установлено, что одна А-единица эквивалентна 0,11 единицам СКБ.

2. Коэффициент 500 в формуле (18) введен во избежание слишком низких чисел для обычных видов муки. Его соответствие определению активности α -амилазы данному выше, доказывается следующими выводами.

Концентрация фермента в ходе определения в граммах сухого вещества на литр соответствует формуле

$$m \cdot \frac{100-h}{100} \cdot \frac{1000}{100} \cdot \frac{15}{15+5} \cdot \frac{1}{f} = 7,5 \cdot \frac{m}{f} \cdot \frac{100-h}{100}, \text{ г с.в.} \quad (19)$$

Поскольку значение оптической плотности пропорционально количеству субстрата S , использование вышеуказанного уравнения приводит к формуле

$$b = \frac{d \lg D}{dt} = -\frac{1}{2,303 \cdot S} \cdot \frac{dS}{dt} = 1,024 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{60}{2,303} \cdot 7,5 \cdot \frac{m}{f} \cdot \frac{100-h}{100} \cdot A = \\ = 2,00 \cdot 10 \cdot \frac{m}{f} \cdot \frac{100-h}{100} \cdot A \quad (20)$$

Коэффициент 60 введен, поскольку t выражается в минутах.

Скорость ферментного расщепления конечного декстрина характеризуется отношением $(\lg D_1 - \lg D_2) / (t_1 - t_2)$. Это отношение можно оценить по двум наблюдениям. Обычно первое измерение оптической плотности после 5 или 10 мин выбирают как D_1 , но для этой цели могут быть использованы и другие измерения. С другой стороны, это отношение можно определить из большего числа определений, исходя из значения наклона b линии $\lg D$ по отношению к t .

Пример.

Пробу массой 5,20 г с влажностью 14,60 % экстрагировали 100 см³ раствора хлористого кальция. Поскольку скорость реакции с конечным декстрином была слишком высокой, ферментный экстракт был разбавлен раствором хлористого кальция. К 1 части экстракта было добавлено 1,5 части раствора хлористого кальция.

Поэтому $f = 1+1,5 = 2,5$.

Через 5, 10 и 20 мин после смешивания субстрата и ферментного экстракта были получены следующие значения оптической плотности (таблица 25).

Таблица 25

Время, мин	Оптическая плотность D	$\lg D (+1)$
5	0,498	0,697
10	0,425	0,628
20	0,308	0,489

Из измерений после 5 и 10 мин

$$b = \frac{0,697 - 0,628}{10 - 5} = 0,0138 \text{ мин}^{-1}.$$

Из графика $\lg D$ по отношению к t (рисунок 29), построенному по всем трем наблюдениям,

$$b = 0,01391 \text{ мин}^{-1}.$$

Получим:

$$A = \frac{500 \cdot 2,5 \cdot 0,01391}{5,20} \cdot \frac{100}{100 - 14,60} = 3,9 \text{ единиц.}$$

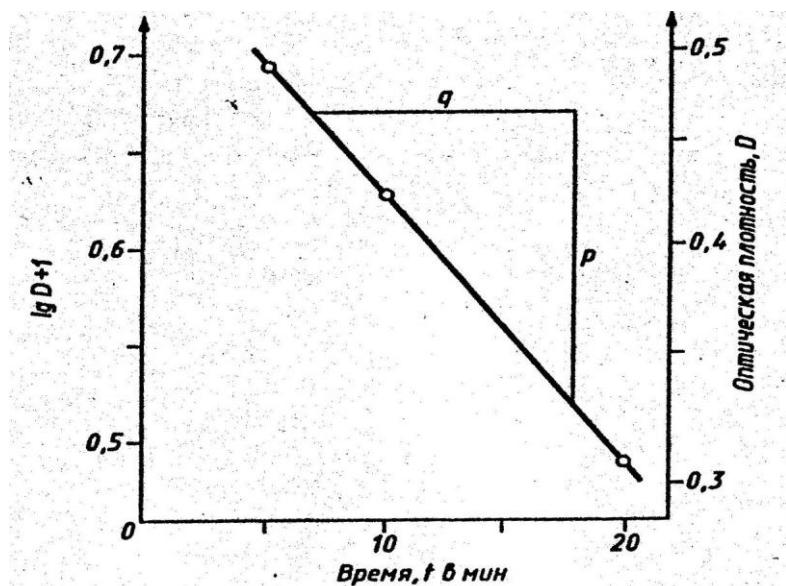


Рис. 29. График $\lg D$ по отношению к t для определения наклона линии b

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов двух определений с учетом того, что расхождение между этими двумя результатами не должно превышать максимума, указанного далее.

Если расхождение больше, повторяют определение в двух повторностях и рассчитывают среднее арифметическое значение

вновь полученных результатов. Округляют в соответствии с таблицей 26.

Таблица 26

Активность, единицы	Интервал округлений, единицы
<50	0,1
50-500	1
500-5000	10
5000-50000	100 и т.д.

Относительное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 10 % их среднего арифметического значения.

Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,2 единицы при среднем арифметическом значении не более 2 единиц.

2.3.5 Определение активности липоксигеназы муки

Липоксигеназа катализирует окисление кислородом воздуха ненасыщенных жирных кислот – линолевой, линоленовой и арахидоновой, превращая их в гидроперекиси, которые в свою очередь являются активными окислителями. Они могут вызывать окисление SH-групп протеиназы, глутатиона и остатков цистеина в полипептидных цепочках самого белка. В результате этого упрочняется структура белка и снижается его атакуемость протеиназами.

Настоящий метод относится к общепринятым (нестандартным), используется для муки и устанавливает метод определения активности липоксигеназы муки.

Активность липоксигеназы муки определяют спектрофотометрическим методом [9, 10]. Сущность метода заключается в учете образующихся перекисных соединений по характерному им поглощению света при длине волны 234 нм.

Приготовление вытяжки фермента осуществляют следующим образом. 5 г муки перемешивают со 100 см³ дистиллированной воды с помощью мешалки при частоте вращения 3000 об/мин в течение

5 минут. Из полученной суспензии, не выключая мешалку, отбирают пробу для определения общей активности липоксигеназы ($LA_{общ}$). Оставшуюся суспензию фильтруют. Фильтрат используют для определения водорастворимой части липоксигеназы ($LA_{раств}$).

Субстратом служит смесь жирных кислот, выделенных из подсолнечного масла. Для его приготовления 50 г рафинированного подсолнечного масла растворяют при нагревании. 15 г KOH разбавляют в 10 см³ воды и 50 см³ спирта. Оба раствора нагревают до начала кипения. Щелочной раствор вливают в раствор масла. Смесь перемешивают, нагревая ее до полного разложения мыла. Жирные кислоты отделяют в делительной воронке и промывают горячей водой.

Липоксигеназа пшеницы оптимально действует в слабокислой среде. Для получения гомогенного субстрата вносят 0,5 см³ реактива Твин-40 в 10 см³ боратного буфера с pH = 9, затем по каплям добавляют 0,5 см³ смеси жирных кислот, активно перемешивают и добавляют 1,3 см³ раствор KOH концентрации 1 моль/дм³. Доводят объем до 100 см³ боратным буфером.

Непосредственно перед определением субстрат разбавляют 2,5 частями воды и подкисляют до слабокислой среды. В коническую колбу вносят 10 см³ субстрата и 1 см³ суспензии (при определении $LA_{общ}$) или вытяжки фермента (при определении $LA_{раств}$). Через 20 минут из колбы отбирают по две параллельные пробы (0,5 см³ каждая) и переносят их в пробирки, содержащие 4,5 см³ спирта. В отобранных пробах определяют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 234 нм. Контролем служит проба, в которой к 10 см³ субстрата вместо фермента добавлен 1 см³ воды. За показатель активности липоксигеназы принимают увеличение оптической плотности субстрата за 20 минут реакции.

2.3.6 Определение массовой доли белка в муке

В макаронном производстве очень большое значение имеет содержание белка в пшеничной муке как основном сырье. Определение массовой доли белка в муке проводят по ГОСТ 10846.

Из средней пробы муки вручную выделяют (50,0±0,1) г.

Из тщательно перемешанного материала отбирают и помещают в чистую и сухую пробирку, свободно входящую в колбу Кельдаля, поочередно две навески массой 0,3-0,7 г каждая. Пробирку с навеской взвешивают на весах с погрешностью ± 0,001 г, помещают как можно

глубже в колбу Кельдаля (во избежание распыления продукта по стенкам колбы) и осторожно высыпают продукт из пробирки. Пустую пробирку взвешивают. По разности между результатами первого и второго взвешивания устанавливают массу навески. Для облегчения введения пробирки с навеской в колбу Кельдаля на запаянный конец пробирки надевают резиновую трубку.

Допускается взвешивать навеску на обеззоленном фильтре размером 3х3 см. Фильтр с навеской сворачивают и помещают в колбу Кельдаля. При взятии навески на обеззоленном фильтре в «холостом» определении проводят обязательное сжигание фильтра.

Одновременно со взятием навесок для анализа берут навески для определения влажности муки.

Для приготовления катализатора 1 взвешивают 10,0 г сернокислой меди, 100,0 г сернокислого калия и 2,0 г селена, помещают навеску в ступку и смесь тщательно растирают до получения однородного мелкозернистого порошка.

Для приготовления катализатора 2 взвешивают 10,0 г сернокислой меди и 300,0 г сернокислого калия, помещают навески в ступку и смесь тщательно растирают до получения однородного мелкозернистого порошка.

Для приготовления раствора индикатора взвешивают 0,2 г метилового красного и 0,1 г бромкрезолового зеленого; растворяют навески в 100 см³ 96 %-ного этилового спирта.

Для приготовления 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты используют концентрированную кислоту по ГОСТ 4204 и титр серной кислоты в соответствии со стандартами и правилами, приложенными к комплекту.

Для приготовления 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия используют натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и титр натрия гидроокиси в соответствии со стандартами и правилами, приложенными к комплекту.

Для приготовления раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм³ взвешивают 40 г борной кислоты, растворяют навеску в небольшом количестве воды при нагревании, а затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем которой после охлаждения раствора доводят до метки дистиллированной водой.

В колбу Кильдаля с навеской добавляют 1,5-2,0 г катализатора 1 или 2 и осторожно вливают 10-15 см³ концентрированной серной кислоты. Содержимое перемешивают покачиванием колбы, добиваясь полного смачивания навески. Допускается в колбу Кильдаля с навеской вместо катализатора 1 или 2 добавлять 7-10 см³ раствора перекиси водорода объемной долей 30 % и после прекращения бурной реакции приливать 7-10 см³ концентрированной серной кислоты.

Нагревание колбы проводят в вытяжном шкафу или помещении с принудительной вентиляцией. В горлышко колбы Кильдаля вставляют маленькую стеклянную воронку или втулку для уменьшения улетучивания паров кислоты во время нагревания. Колбу устанавливают на электроплитке или укрепляют в штативе над газовой горелкой так, чтобы ее ось была под углом 30-45 град. Начальное нагревание колбы проводят под наблюдением при слабом накале электроплитки или на слабом пламени газовой горелки медленно, ввиду возможного образования пены, которая может подняться в горлышко колбы или даже перелиться через край.

После прекращения образования пены усиливают нагревание колбы и доводят содержимое ее до кипения. Дальнейшая интенсивность кипения раствора в колбе должна быть такой, чтобы пары кислоты конденсировались в средней части горлышка колбы Кильдаля.

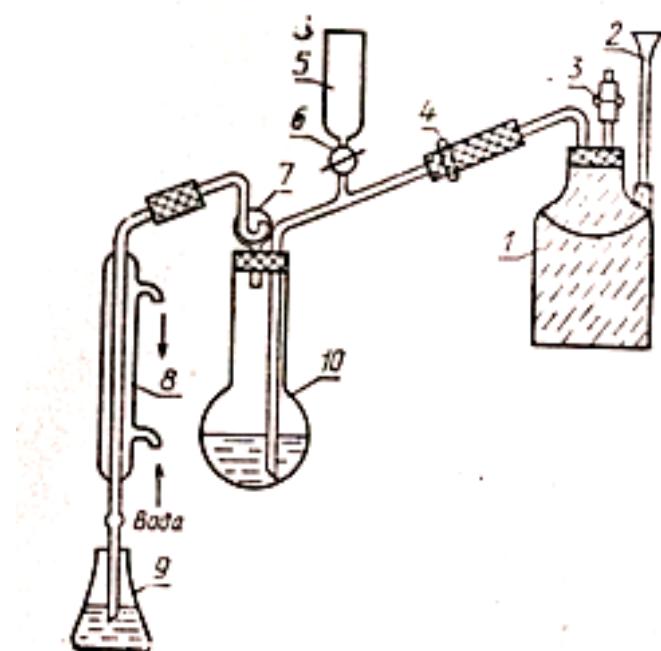
Во время нагревания колбы следят за тем, чтобы на стенках колбы не оставалось черных несгоревших частиц продукта. Если их обнаруживают, то смывают небольшим количеством серной кислоты, которую добавляют в колбу, или легким встряхиванием содержимого колбы.

Раствор в колбе кипятят до тех пор, пока он не станет прозрачным (допускается слегка зеленоватый оттенок). Затем проводят дополнительное нагревание колбы еще в течение 30 мин, после чего сжигание заканчивают.

Колбу охлаждают и к ее содержимому постепенно приливают 70 см³ дистиллированной воды, слегка взбалтывая раствор. Полученный раствор снова охлаждают.

В бачок-парообразователь 1 (рисунок 30) через воронку 2 наливают дистиллированную воду, заполняя ею более половины объема бачка. Открывают кран 3 и зажим 4. Нагревают бачок с водой на электрической плитке или газовой горелке. Присоединяют пустую

колбу Кельдаля 10 к каплеуловителю 7 и воронке для щелочи 5. После того как вода в бачке закипит, закрывают кран 3. Включают холодильник 8, подставляют под него пустую коническую колбу 9 и в течение 5-10 мин «пропаривают» прибор. По истечении указанного времени открывают краны 3 и 6, а зажим 4 закрывают.



1 - парообразователь; 2 и 5 - воронки; 3 и 6 - краны; 4 - зажим;
7- каплеуловитель; 8 - холодильник; 9 - приемная колба; 10 - отгонная колба

Рис. 30. Аппарат для отгонки аммиака с водяным паром

В коническую колбу вместимостью 250 см приливают при помощи бюретки или пипетки 20 см раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм³ или же 25 см 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты и добавляют 4-5 капель индикатора. Вынимают пустую коническую колбу из-под холодильника и вместо нее подставляют коническую колбу с раствором борной или серной кислоты.

Колбу подставляют под холодильник так, чтобы кончик холодильника был погружен в раствор на глубину не менее 1 см.

Вынимают пустую колбу Кельдаля и вместо нее подставляют колбу Кельдаля с растворами.

Закрывают кран 6 и наливают в воронку 40 см³ раствора щелочи массовой концентрацией 330-400 г/дм³. Затем осторожно открывают

кран 6 и понемногу при слабом покачивании колбы Кильдаля приливают щелочь к содержимому колбы.

При этом наблюдается изменение цвета раствора в колбе Кильдаля: из прозрачного он становится синим или бурым.

Открывают зажим 4, закрывают краны 3 и 6 и начинают отгонку аммиака, который перегоняемый паром из колбы Кильдаля конденсируется в холодильнике и попадает в приемную коническую колбу с раствором борной или серной кислоты.

Через 10 мин коническую колбу с раствором кислоты опускают, при этом кончик холодильника не должен касаться жидкости.

Конец отгонки устанавливают при помощи лакмусовой бумажки. Для этого кончик холодильника обмывают небольшим количеством дистиллированной воды, отставляют коническую колбу из-под холодильника и под стекающие из холодильника капли конденсата подставляют лакмусовую бумажку. В случаях, когда лакмусовая бумажка не синеет, отгонку аммиака заканчивают. Если лакмусовая бумажка синеет, то приемную колбу снова подставляют под холодильник и продолжают отгонку.

После окончания отгонки закрывают зажим 4 и открывают краны 3 и 6.

Обмывают кончик холодильника над конической колбой дистиллированной водой и коническую колбу убирают. Колбу Кильдаля заменяют на пустую и «пропаривают» всю систему для удаления возможных остаточных количеств аммиака.

Допускается, при применении для сжигания навесок колб Кильдаля вместимостью 500 см^3 проводить отгонку аммиака без бачка-парообразователя непосредственным нагревом колбы Кильдаля на электронагревателе. Содержимое колбы Кильдаля перед отгонкой аммиака разбавляют $150-200 \text{ см}^3$ дистиллированной воды и дальнейшие операции отгонки выполняют так, как указано ранее.

При отгонке аммиака в раствор борной кислоты, аммиак, содержащийся в приемной конической колбе, оттитровывают $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствором серной кислоты до перехода окраски индикатора из зеленой в розовую.

При отгонке аммиака в раствор серной кислоты, содержимое конической колбы (избыток $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора серной кислоты) титруют $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствором гидроокиси натрия до перехода окраски в зеленую.

Одновременно с определением азота в зерне и продуктах его переработки проводят анализ на выявление загрязнения воды и реагентов азотом (холостое определение). Для этого проводят весь анализ аналогично ранее описанному, за исключением взятия навески.

Если для взятия навески использовался обеззоленный фильтр, то аналогичный фильтр также должен быть использован в анализе на выявление загрязнения реагентов и воды азотом.

Определение азота в реагентах проводят каждый раз после замены партий реагентов.

Обработка результатов осуществляется в следующем порядке:

1) при отгонке аммиака в раствор борной кислоты содержание азота (X_1) при фактической влажности в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = [(V_1 - V_0) \cdot K \cdot 0,0014 \cdot 100] / m, \% \quad (21)$$

где m — масса навески, г;

V_1 — объем раствора серной кислоты, пошедшего на титрование аммиака в растворе, см^3 ;

K - поправка к титру 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты (при приготовлении раствора из концентрированной серной кислоты);

0,0014 - количество азота, эквивалентное 1 см^3 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты, г;

V_0 - объем 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты, пошедшего на титрование в «холостом» определении, см^3 ;

2) при отгонке аммиака в раствор серной кислоты содержание азота (X_2) при фактической влажности в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = [(V_0 - V_1) \cdot K \cdot 0,0014 \cdot 100] / m, \% \quad (22)$$

где m — масса навески, г;

V_0 - объем 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 моль/дм³ серной кислоты в «холостом» определении, см^3 ;

V_1 - объем 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 моль/дм³ серной кислоты в анализируемом растворе, см³;

K — поправка к титру 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия;

0,0014 — количество азота, эквивалентное 1 см³ 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты, г;

3) вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением результата до второго десятичного знака.

4) содержание азота в пересчете на сухое вещество (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = (X_{(1 \text{ или } 2)} \cdot 100) / (100 - W), \% \quad (23)$$

где $X_{(1 \text{ или } 2)}$ — содержание азота в зерне или продуктах его переработки при фактической влажности, %;

W — влажность зерна или продуктов его переработки, %;

5) содержание белка (X_4) и (X_5) в процентах вычисляют по формулам

$$X_4 (\text{при фактической влажности}) = K \cdot X_1 (X_2), \% \quad (24)$$

$$X_5 (\text{в пересчете на сухое вещество}) = K \cdot X_3, \% \quad (25)$$

где K — коэффициент пересчета содержания азота на белок, равный 5,7 для пшеницы и пшеничной муки.

Библиографический список литературы

- 1 ВНТП 01-87 Инструкция по технологическому проектированию предприятий макаронной промышленности [Текст]. – М.: Госагропром СССР, 1989. – 96 с.
- 2 http://noval-factory.ru/spravochnik/makaronnye_izdeliya/tekhnokhimkontrol/organizatsiya_kontrolya_na_predpriyatiyakh/
- 3 Шнейдер, Т. И. Технохимический контроль макаронного производства [Текст] / Т. И. Шнейдер, Н. К. Казеннова, Д. В. Шнейдер, И. В. Казеннов. – М.: ДeЛи плюс, 2012. – 101 с.
- 4 Елисеева, С. И. Контроль качества сырья, полуфабрикатов и готовой продукции на хлебозаводах [Текст] / С.И. Елисеева. – М.: Агропромиздат, 1987. – 192 с.
- 5 Маслов, И. Н. Технохимический контроль хлебопекарного производства [Текст] / И. Н. Маслов, К. Н. Чижова, Т. И. Шкваркина [и др.]. – М.: Пищевая промышленность, 1966. – 396 с.
- 6 Контроль сырья, полуфабрикатов и готовых хлебобулочных изделий: учебное пособие для вузов [Текст] / С. Я. Корячкина, Н. В. Лабутина, Н. А. Березина, Е. В. Хмелёва. - Орел: ОрелГТУ, 2010. - 705 с.
- 7 Пучкова, Л. И. Лабораторный практикум по технологии хлебопекарного производства. Изд. 4-е. [Текст] / Л. И. Пучкова. - СПб.: Гиорд, 2004. - 264 с.
- 8 Максимов, А.С. Лабораторный практикум по реологии сырья, полуфабрикатов и готовых изделий хлебопекарного, макаронного и кондитерского производств [Текст] / А. С. Максимов, В. Я. Черных. – М.: Издательский комплекс МГУПП, 2004. – 163 с.
- 9 Методы определения активности ферментов: методические указания [Текст] / Составитель В. Г. Шмелева. – С-Пб.: Санкт-Петербургский государственный технологический институт, 1997. - 42 с.
- 10 Плешков, Б. П. Практикум по биохимии растений [Текст] / Б. П. Плешков. – Изд. 2-е. доп. и перераб. - М.: Колос, 1976. – 256 с.

Нормативные ссылки

В настоящем учебном пособии использованы нормативные ссылки на следующие стандарты и другие нормативные и технические документы:

- 1 ГОСТ Р 50436-92 (ИСО 950—79) Зерновые. Отбор проб зерна
- 2 ГОСТ Р 51228-98 Зерно и зерновые продукты. Колориметрический метод определения активности альфа-амилазы
- 3 ГОСТ Р 51404-99 Мука пшеничная. Физические характеристики теста. Определение водопоглощения и реологических свойств с применением фаринографа
- 4 ГОСТ Р 51409-99 Мука пшеничная. Физические характеристики теста. Определение реологических свойств с применением экстенсографа
- 5 ГОСТ Р 51412-99 Мука пшеничная. Определение содержания сырой клейковины механизированным способом
- 6 ГОСТ Р 51414-99 Мука пшеничная. Физические характеристики теста. Определение водопоглощения и реологических свойств с применением валориграфа
- 7 ГОСТ Р 51865-2010 Изделия макаронные. Общие технические условия
- 8 ГОСТ Р 52000-2010 Изделия макаронные. Термины и определения
- 9 ГОСТ Р 52189-2003 Мука пшеничная. Общие технические условия
- 10 ГОСТ Р 52668-2006 Мука из твердой пшеницы для макаронных изделий. Технические условия
- 11 ГОСТ Р 53048-2008 Мука из мягкой пшеницы для макаронных изделий. Технические условия
- 12 ГОСТ ИСО 2170-97 Зерновые и бобовые. Отбор проб молотых продуктов
- 13 ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- 14 ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- 15 ГОСТ 4403-91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия
- 16 ГОСТ 9404-88 Мука и отруби. Метод определения влажности
- 17 ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка.
- 18 ГОСТ 20239-74 Мука, крупа и отруби. Метод определения металломагнитной примеси
- 19 ГОСТ 26361-84 Мука. Метод определения белизны

- 20 ГОСТ 27493-87 Мука и отруби. Метод определения кислотности по болтушке
- 21 ГОСТ 27494-87 Мука и отруби. Методы определения зольности
- 22 ГОСТ 27495 ГОСТ 27495-87. Мука. Метод определения автолитической активности
- 23 ГОСТ 27558-87. Мука и отруби. Методы определения цвета, запаха, вкуса и хруста
- 24 ГОСТ 27559-87 Мука и отруби. Метод определения зараженности и загрязненности вредителями хлебных запасов
- 25 ГОСТ 27560-87 Мука и отруби. Метод определения крупности
- 26 ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб
- 27 ГОСТ 27676-88 Зерно и продукты его переработки. Метод определения числа падения
- 28 ГОСТ 27839-88 Мука пшеничная. Методы определения количества и качества клейковины
- 29 ГОСТ 28796-90 (ИСО 5531-78) Мука пшеничная. Определение содержания сырой клейковины
- 30 ГОСТ 28797-90 Мука пшеничная. Определение содержания сухой клейковины
- 31 ГОСТ 29143-91 Зерно и зернопродукты. Определение влажности (рабочий контрольный метод)
- 32 Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200-03 «Санитарно-защитные зоны и санитарная классификация предприятий, сооружений и иных объектов»
- 33 ТУ 14-4-1374-86 Сетки тканые для мукомольной промышленности

Учебное издание

Галина Александровна *Осипова*
Светлана Яковлевна *Корячкина*
Наталья Александровна *Березина*

МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ И МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ

Учебное пособие

Редактор
Технический редактор

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования «Государственный университет –
учебно-научно-производственный комплекс»
Лицензия ИД № 00670 от 05.01.2000 г.

Подписано к печати _____. Формат 60x84 1/16
Усл. печ. л. 8,125. Тираж ____ экз.
Заказ №_____.

Отпечатано с готового оригинал-макета
на полиграфической базе ФГБОУ ВПО «Госуниверситет – УНПК»,
302030, г. Орел, ул. Московская, 65.