

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Оренбургский государственный университет»

Г.А. Сидоренко, В.А. Федотов, П.В. Медведев

НАУЧНО- ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ ПРАКТИКА

Рекомендовано ученым советом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет» для обучающихся по образовательным программам высшего образования – программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре 19.06.01 Промышленная экология и биотехнология.

Оренбург
2017

УДК 378.016:664(075.8)
ББК 36я73+74.58я73
С 34

Рецензент – кандидат биологических наук Э.Ш. Манеева

Сидоренко, Г.А.

С34 Научно-исследовательская практика: учебное пособие/
Г.А. Сидоренко, В.А. Федотов. П.В. Медведев; Оренбургский гос. ун-т. –
Оренбург: ОГУ, 2017. - 98 с.
ISBN 978-5-7410-1667-1

В учебном пособии рассмотрены методы оценки свойств сырья и продуктов питания и методы обработки результатов экспериментальных исследований.

Учебное пособие предназначены для выполнения исследований и расчетов по научно-исследовательской практике для аспирантов, обучающихся по направлению подготовки 19.06.01 Промышленная экология и биотехнология.

УДК 378.016:664(075.8)
ББК 36я73+74.58я73

ISBN 978-5-7410-1667-1

© Сидоренко Г.А.,
Федотов В.А.,
Медведев П.В., 2017
© ОГУ, 2017

Содержание

Введение.....	5
1 Методы исследования свойств сырья и продуктов питания.....	7
1.1 Органолептическая оценка продуктов питания.....	7
1.2 Методы определения влажности сырья и пищевых продуктов.....	12
1.3 Рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ.....	19
1.4 Определение плотности жидких материалов.....	22
1.5 Определение массовой доли минеральных веществ.....	26
1.6 Поляриметрический метод определения массовой доли крахмала в сырье и пищевых продуктах.....	29
1.7 Колориметрический метод определения массовой доли сахаров в сырье и пищевых продуктах.....	35
1.8 Определение массовой доли жира.....	44
1.9 Новые методы оценки технологических качеств зерна пшеницы с использованием информационных технологий.....	61
2 Методы обработки результатов экспериментальных исследований....	78
2.1 Определение доверительного интервала оценки среднеквадратичного отклонения	78
2.2 Определение грубых ошибок («промахов»).....	80
2.3 Определение доверительного интервала оценки измеряемой величины.....	81
2.4 Анализ однородности средних.....	82
2.5 Определение необходимого числа повторностей опыта.....	85
2.6 Ранжирование факторов по степени их влияния на исследуемый процесс.....	89
Список использованных источников.....	92
Приложение А Значения коэффициентов Z_1^2 и Z_2^2	94

Приложение Б Значения критерия α_T для определения грубых ошибок.....	95
Приложение В Значения критерия Стьюдента $t(P;f)$ при разных уровнях значимости.....	96
Приложение Г Значения критерия Фишера F_T для уровня значимости $q=0,05$	97
Приложение Д Значения параметра $t(P)$ при разных значения функции ошибок $\Phi(t)$	98

Введение

При выполнении научно-исследовательской работы возникает необходимость использования методов анализа органолептических и физико-химических показателей сырья, полуфабрикатов и готовых продуктов питания. В данном учебном пособии приведены различные методики экспертной оценки органолептических показателей пищевых продуктов. Рассмотрены методы определения физико-химических показателей, основанные на различных физических явлениях: рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ, поляриметрический метод определения массовой доли крахмала, колориметрический метод определения массовой доли сахара в сырье и пищевых продуктах. Приведены методики определения плотности, массовой доли влаги, минеральных веществ, жира в объектах пищевых производств. В работе представлены новые методы оценки технологических качеств зерна пшеницы с использованием информационных технологий.

При проведении научно-исследовательской работы накапливается большое количество экспериментальных данных, которые необходимо обрабатывать с целью определения однородности, их достоверности и точности с позиций принятого уровня значимости, его достаточности для принятия того или иного решения.

Методами статистической обработки результатов эксперимента называются математические приемы, формулы, способы количественных расчетов, с помощью которых показатели, получаемые в ходе эксперимента, можно обобщать, приводить в систему, выявляя скрытые в них закономерности. Речь идет о таких закономерностях статистического характера, которые существуют между изучаемыми в эксперименте переменными величинами.

В данных методических указаниях приведены методики определения доверительного интервала оценки среднеквадратичного отклонения,

определения грубых ошибок, анализа однородности средних, определения числа необходимых повторностей опыта и ранжирования факторов по степени их влияния на исследуемый процесс.

Учебное пособие предназначено для выполнения исследований и расчетов по научно-исследовательской практике для аспирантов, обучающихся по направлению подготовки 19.06.01 Промышленная экология и биотехнология.

1 Методы исследования свойств сырья и продуктов питания

1.1 Органолептическая оценка продуктов питания

Одними из важнейших свойств пищевых продуктов являются их органолептические показатели, такие как внешний вид, цвет, запах, консистенция, вкус и т. п. Эти важнейшие, предусмотренные стандартами показатели качества устанавливают органолептически, то есть при помощи органов чувств человека: вкуса, обоняния, зрения, осязания, а в некоторых случаях даже слуха.

Для оценки органолептических показателей формируют группу экспертов.

Экспертная оценка может проводиться различными методами: непосредственным измерением, ранжированием, сопоставлением.

При *непосредственных измерениях* значения физических величин или показателей качества определяют сразу в установленных единицах.

Метод *ранжирования* состоит в расстановке объектов измерения или показателей в порядке их предпочтения по важности или весомости. Место, занятое при такой расстановке, называется рангом. Чем выше ранг, тем предпочтительнее объект, весомее, важнее показатель. Если же ранжирование проводится с целью определения весовых коэффициентов для отдельных объектов или показателей, то они рассчитываются как отношение суммы рангов установленных экспертами для данного объекта или показателя к общей сумме рангов всех объектов или показателей.

Сопоставление бывает последовательным и попарным.

При последовательном сопоставлении объекты экспертизы располагают в порядке их предпочтения (ранжирование). Наиболее важному объекту приписывается 1 балл или весовой коэффициент равный одному; всем остальным в порядке уменьшения их относительной значимости – баллы или весовые коэффициенты от единицы до нуля. Сопоставляется первый объект с

совокупностью всех остальных. Если по мнению эксперта он предпочтительней, чем совокупность всех остальных вместе взятых, то результат его измерения в баллах или весовой коэффициент корректируется в сторону увеличения с таким расчетом, чтобы он стал больше суммы баллов или весовых коэффициентов всех остальных объектов экспертизы. В противном случае результат измерения или весовой коэффициент первого объекта корректируется в сторону уменьшения, так чтобы он оказался меньше суммы баллов или весовых коэффициентов остальных объектов. Сопоставляется второй объект с совокупностью всех остальных стоящих ниже рангом. Корректируется результат его измерения или значение весового коэффициента. Такая процедура сопоставлений и корректировок продолжается вплоть до последнего объекта. Полученный результат измерений или весовые коэффициенты нормируют, т. е. делят на общую сумму баллов или весовых коэффициентов. После этого они принимают значения от нуля до единицы, а их сумма становится равной единице.

Метод попарного сопоставления считается наиболее оправданным с психологической точки зрения. При попарном сопоставлении оцениваемые объекты сравниваются между собой попарно и для каждой пары результат сравнения выражается в форме «больше-меньше» или «хуже-лучше». Затем по результатам попарного сопоставления производится ранжирование. Например, результат дегустации четырех пищевых продуктов одним экспертом представлен в таблице 1.1, где предпочтение i -того продукта над j -тым соответствует единице, а j -того над i -тым – нулю. Ранжированный ряд объектов экспертизы будет иметь вид: 3; 1; 2; 4.

При подборе экспертов уделяют внимание согласованности их мнений. Меру согласованности мнений экспертов можно оценить с помощью коэффициента конкордации W , который рассчитывается по формуле

$$W = \frac{12 \cdot S}{n^2 \cdot (m^3 - m)}, \quad (1.1)$$

где S – сумма квадратов отклонений суммы рангов каждого объекта экспертизы от среднего арифметического рангов;

n – количество экспертов;

m – количество объектов экспертизы.

Таблица 1.1 – Результат дегустации четырех объектов

j i	1	2	3	4	Итого
1	x	1	0	1	2
2	0	x	0	1	1
3	1	1	x	1	3
4	0	0	0	x	0

В зависимости от степени согласованности мнений экспертов коэффициент конкордации может принимать значения от нуля (при отсутствии согласованности) до единицы (при полном единодушии). Например, требуется определить степень согласованности пяти экспертов, результаты ранжирования которыми семи объектов приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Результаты ранжирования объектов экспертизы

Номер объекта экспертизы	Оценка экспертов				
	1-го	2-го	3-го	4-го	5-го
1	4	6	4	4	3
2	3	3	2	3	4
3	2	2	1	2	2
4	6	5	6	5	6
5	1	1	3	1	1
6	5	4	5	6	5
7	7	7	7	7	7

Расчет степени согласованности мнений экспертов сводим в таблицу 1.3.

Таблица 1.3 – Расчет степени согласованности мнений пяти экспертов

Номер объекта экспертизы	Оценка экспертов					Сумма рангов	Отклонение от среднего арифметического	Квадрат отклоне- ния от среднего арифметического
	1	2	3	4	5			
1	4	6	4	4	3	21	1	1
2	3	3	2	3	4	15	-5	25
3	2	2	1	2	2	9	-11	121
4	6	5	6	5	6	28	8	64
5	1	1	3	1	1	7	-13	169
6	5	4	5	6	5	25	5	25
7	7	7	7	7	7	35	15	225
Общая сумма рангов						140	Сумма квадратов отклонения от среднего арифметического	630
Среднее арифметическое рангов						140/7=20		

Коэффициент конкордации для приведенного примера составит

$$W = \frac{12 \cdot 630}{5^2 \cdot (7^3 - 7)} = 0,9$$

Если степень согласованности мнений экспертов оказывается неудовлетворительной ($W < 0,7$), принимаются специальные меры для ее повышения. Проводится обучение экспертов, заключающееся в проведении тренировок с обсуждением результатов и разбором ошибок.

При экспертной оценке органолептических показателей качества пищевых продуктов большое значение имеет организация данного процесса. Так, например, посуда, используемая при органолептической экспертизе, должна быть однородной по форме и цвету, изготовлена из стекла, фарфора или нержавеющей стали (деревянную, алюминиевую и пластмассовую посуду, ложки и шпатели не применяют, так как они сохраняют запахи и могут подвергаться воздействию проб).

Большое значение имеет очередность оценки отдельных органолептических показателей качества. Сначала оценивают показатели на основе органов зрения, затем обоняния и осязания и в заключение - свойства, определяемые в полости рта (вкус, крошливость, степень измельчения, однородность).

При разработке балловой шкалы органолептической оценки пищевых продуктов проводят следующие этапы.

1-й этап. Выбор номенклатуры единичных показателей, характеризующих органолептические свойства конкретного изделия или группы изделий.

2-й этап. Составление таблицы, содержащей словесную характеристику каждого единичного показателя по всем балловым уровням шкалы.

3-й этап. Установление коэффициентов весомости показателей. Прежде всего, следует выделить основные показатели, наиболее полно отражающие назначение анализируемого изделия для удовлетворения потребительского спроса.

4-й этап. Обсуждение элементов балловой шкалы. На этом этапе решается вопрос об исключении единичных показателей качества из общей номенклатуры, корректируется таблица градаций по качественным уровням и коэффициентам весомости.

5-й этап. Опробование балловой шкалы и обработка результатов.

1.2 Методы определения влажности сырья и пищевых продуктов

Влажность является важным показателем качества сырья и пищевых продуктов, определяющим их способность сохраняться длительное время, не подвергаясь порче – закисанию, плесневению и т.д. Кроме того, влажность сырья является основным фактором, определяющим выход готовой продукции из определенного количества сырья.

Влажность сырья наиболее часто определяют методом высушивания. Имеется много модификаций этого метода, отличающихся друг от друга длительностью и температурой нагрева навески целого или измельченного образца, а также степенью его измельчения. Возможны случаи, когда продукт с чрезмерно высокой массовой долей влаги перед высушиванием подвергают предварительной подсушке. Для ускорения высушивания, а также для сушки веществ, легко разлагающихся при температуре выше 100 °С, процесс ведут при пониженном давлении, что дает возможность понизить температуру. Для вязких материалов (меласса, сахарный сироп и др.) высушивание затрудняется вследствие образования на поверхности материала твердой корочки. Для облегчения и ускорения процесса сушки в таких случаях применяют наполнители, при смешивании с которыми вязкие продукты становятся рыхлыми. В качестве наполнителей используют прокаленный кварцевый песок, ролики из фильтровальной бумаги. Все применяемые варианты должны обеспечивать возможность наиболее полного обезвоживания продукта без ощутимых потерь его сухих веществ.

Существует два основных метода определения массовой доли влаги путем высушивания: высушивание до постоянной массы и ускоренное высушивание.

Техника *определение массовой доли влаги методом высушивания до постоянной массы* заключается в следующем. В предварительно взвешенные бюксы помещают навеску измельченного вещества массой от 3 до 5 г, взятую с погрешностью ($\pm 0,002$) г и высушивают в сушильном шкафу при температуре

от 100 °С до 105 °С (навески в бюксах высушивают при открытых крышках) до тех пор, пока не установится постоянная масса остатка, т.е. пока разница в массе между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,001 г. Первое взвешивание навески обычно проводят спустя интервал времени от 2 до 4 ч от начала сушки, а каждое последующее через интервал времени от 1 до 2 ч в зависимости от свойств высушиваемого продукта. При взвешивании бюксы с навеской крышка должна быть закрыта. Массовую долю влаги определяют как разность массы бюксы с навеской до и после высушивания, отнесенную к массе навески до высушивания и выражают в процентах. Определения проводят в 2-3 повторностях, за окончательный результат принимают среднее арифметическое полученных значений.

Определение массовой доли влаги ускоренным методом предусматривает высушивание образцов при повышенных температурах (от 130 °С до 160 °С) в течение определенного времени, что упрощает и ускоряет анализ. Для каждого продукта в зависимости от физико-химических свойств подобраны свои температура и длительность высушивания. Так, например, влажность зернового сырья определяют по ГОСТ 13586.5-93 путем высушивания измельченных навесок массой 5 г в сушильном шкафу при температуре 130 °С в течение 45 мин. Навески образцов взвешивают с погрешностью ($\pm 0,01$) г. Если при открывании шкафа для помещения в него бюкс с навесками температура понизилась, то отсчет времени начинают с момента достижения температуры 130 °С (крышки бюксов должны быть открыты и подложены под дно). Высушивание заканчивают по истечении вышеуказанного времени, бюксы с навесками вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе от 15 до 30 мин и взвешивают.

Массовую долю влаги W , %, рассчитывают по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} 100, \quad (1.2)$$

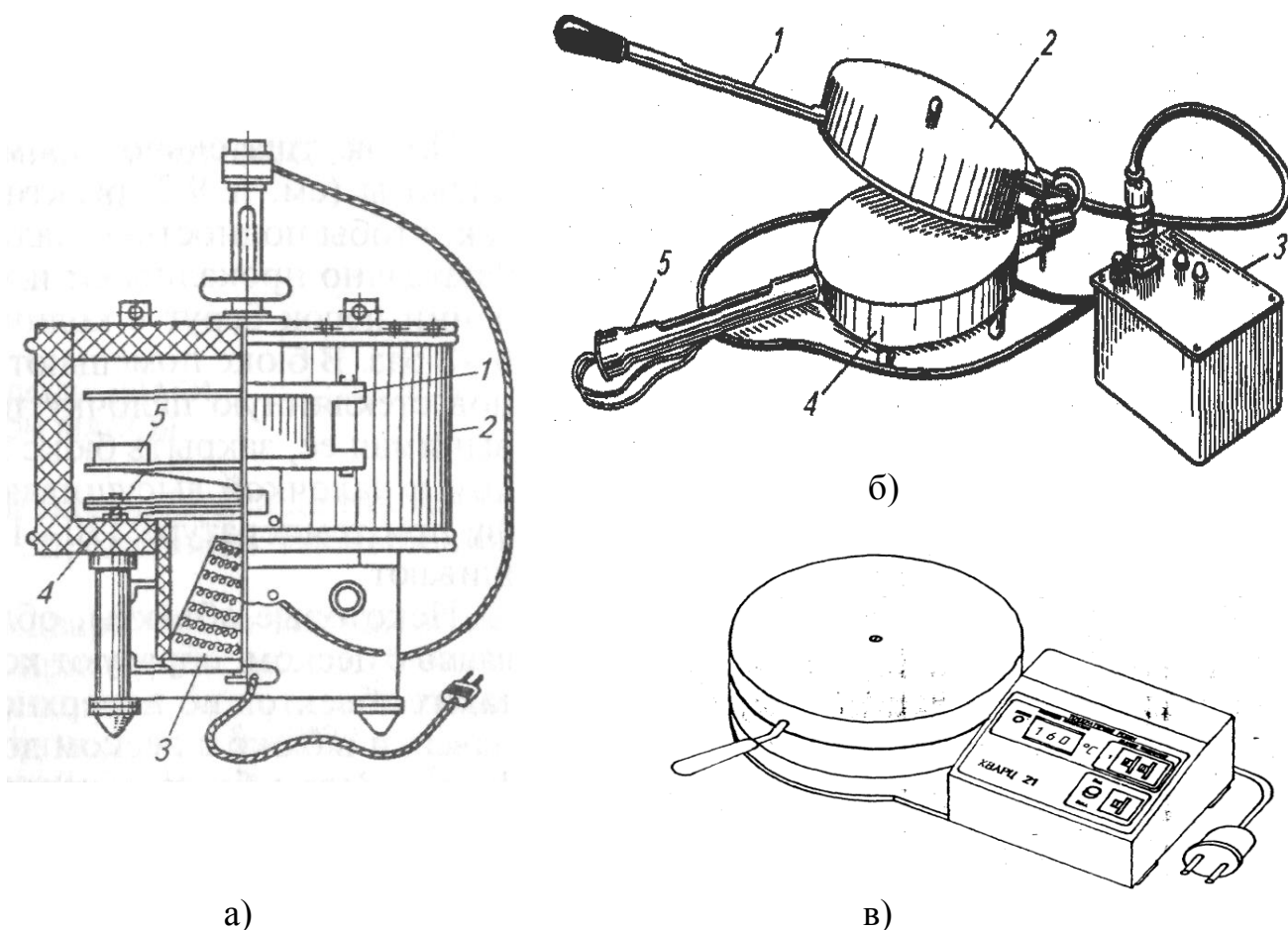
где m_1 , m_2 – масса бюкса с навеской до и после высушивания, г;

m_0 – масса бюкса, г.

Для высушивания навесок описанными способами наиболее часто используют сушильные шкафы марки СЭШ. Основной частью шкафа СЭШ (рисунок 1.1) является теплоизолированная рабочая камера, куда помещают бюксы с навесками. Камера снабжена вращающимся столом со специальными гнездами для бюкс. Шкаф рассчитан на работу в интервале температур от 50 °С до 150 °С и для автоматического регулирования температуры сушки снабжен контактным термометром. Подогрев осуществляется электрическим нагревателем, шкафа марки СЭШ-3 снабжены вентилятором, подающим воздух для ускорения высушивания.

Определение массовой доли влаги экспрессным методом предусматривают быстрое удаление влаги из исследуемого образца. Существуют различные виды приборов с быстрым высушиванием анализируемых образцов.

К данной группе приборов относятся представленные на рисунке 1.1 приборы ВЧ (конструкции К. Н. Чижовой) и Кварц-21, в которых высушивание навески осуществляется между двумя нагретыми плитами (зазор между плитами составляет 2 мм). Навески высушивают в пакетах, например, из фильтровальной бумаги треугольной или прямоугольной формы, для этого лист бумаги складывают по диагонали или посередине и загибают открытые края (примерно на 1,5 см). Приготовленные пакетики предварительно сушат на приборе при температуре, установленной для высушивания материалов, в течение 3 мин, и после охлаждения в эксикаторе взвешивают с точностью ($\pm 0,01$) г. В подготовленные таким образом пакеты взвешивают навеску продукта, по возможности равномерно распределив ее внутри пакета.



а) Сушильный шкаф СЭШ: 1 – дверца, 2 – корпус, 3 – нагревательный элемент, 4 – поворотный стол, 5 – буюкс с навеской;

б) прибор ВЧ (конструкции К. Н. Чижовой) для определения влажности: 1 – рукоятка, 2 – верхняя плита, 3 – блок управления, 4 – нижняя плита, 5 – электроконтактный термометр;

в) прибор для определения влажности «Кварц-21»

Рисунок 1.1 – Приборы для определения влажности

Пакеты закрывают и помещают в прибор. Температуру и продолжительность высушивания устанавливают в зависимости от влажности и свойств материала. Так, например, при температуре 160 °С муку сушат 3 мин, теста – 5 мин, прессованные дрожжи – 7 мин. По окончании высушивания пакеты с исследуемым материалом охлаждают в течение от 3 до 5 мин в эксикаторе и

взвешивают. Массовую долю влаги рассчитывают аналогично описанным выше методам.

Достоинством метода высушивания в поле инфракрасных (ИК) лучей является значительное сокращение времени. Мощность теплового потока, создаваемого инфракрасными лучами, во много раз выше, чем при других способах передачи теплоты. Тепловые лучи, проникая в толщу продукта, вызывают удаление влаги. Чем короче длина волны излучения, тем больше их проникающая способность. При большой толщине высушиваемого материала влага перемещается по направлению светового потока вглубь слоя, поверхностный обезвоженный слой сильно перегревается и происходит разложение анализируемого продукта. Поэтому для определения массовой доли влаги берут небольшие навески и в процессе высушивания их периодически перемешивают осторожным встряхиванием бюкса.

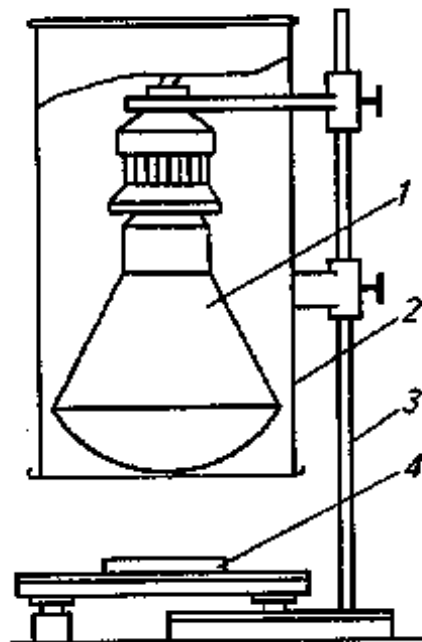
Генератором ИК-излучения служат специальные лампы с вольфрамовой нитью мощностью 250 - 500 Вт и длиной волны излучения 1000 - 1600 нм. Внутри лампы находится рефлектор, направляющий большую часть лучей на высушиваемый объект. Лампу укрепляют на специальном штативе в вертикальном положении над столом так, чтобы можно было регулировать расстояние от нее до стола.

Схема установки для высушивания объекта над лампой инфракрасного излучения показана на рисунке 1.2.

Температура высушивания зависит от расстояния лампы до бюкса. Чтобы установить необходимую температуру высушивания, в центр поля исследуемого объекта, помещают термометр на 200 °С и, передвигая лампу по штативу вверх-вниз, фиксируют заданную температуру высушивания (130-140 °С).

Для определения массовой доли влаги анализируемого продукта в металлический бюкс помещают навеску массой около 3 г, взятой с точностью до $\pm 0,01$ г. Бюкс устанавливают под лампой в центре освещенного поля. Время сушки зависит от свойств анализируемого продукта и характеристик используемой лампы ИК-излучения. Продолжительность сушки для каждого вида продукта устанавливается отдельно при сопоставлении результатов с другими методами.

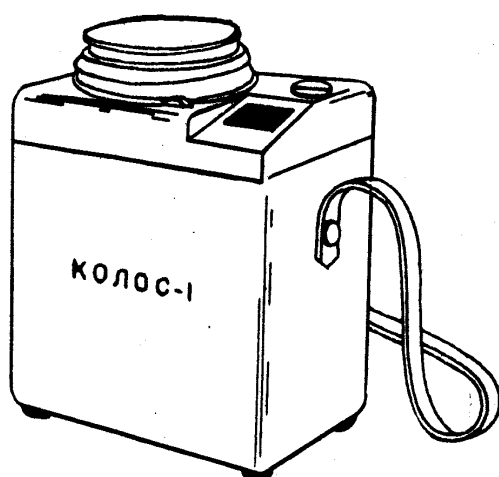
Например, продолжительность высушивания печенья лампой мощностью 500 Вт на расстоянии 15 см составляет 4—5 мин.



1 – лампа; 2 – защитный патрон; 3 – лабораторный штатив; 4 – бюкс с высушиваемым материалом

Рисунок 1.2 – Схема установки для высушивания с лампой инфракрасного излучения

Для экспрессного определения влажности зернового сырья разработаны различные конструкции влагомеров, которые можно использовать в полевых условиях. Так, например, в представленном на рисунке 1.3 влагомере «Колос» используется диэлькометрический метод измерения влажности. В приборе использована зависимость диэлектрической проницаемости зерна от его влажности.



а)



б)

а) влагомер зерна «Колос-1»; б) влагомер «Фауна»

Рисунок 1.3 – Влагомеры зерна

Влагомер «Колос» состоит из измерительного преобразователя с бункером, заключенных в кожух и снабжен засыпным стаканом. Бункер выполнен в виде двух цилиндрических концентрических электродов, закрепленных на основании из диэлектрика. Центральный электрод в верхней части имеет конусную насадку для равномерного распределения зерна в бункере между электродами. Бункер является подвижной частью весового устройства. Бункер под действием массы засыпаемого зерна двигается вниз и в момент, когда масса навески окажется равной (202 ± 2) г замыкает нажимным бруском нижний и верхний контакты и включает электропитание влагомера. На цифровом индикаторе при этом появляется результат измерения в относительных единицах. Через несколько секунд (от 22 до 30 с) на индикаторе появиться второе значение - с поправкой на температуру 20°C . Перевод единиц прибора в значения влажности в процентах осуществляется по таблицы, прилагаемой к влагомеру. Для удобства переноски влагомер снабжен ремнем (укрепленным на кожухе) и крышкой (на крышке имеется градуировочная

таблица для перевода показаний влагомера в проценты влажности зерна). На панели преобразователя имеется стопорное устройство, которое обеспечивает стопорение подвижной части весового устройства в верхнем положении, и полость для установки батарей питания, закрытая резьбовой крышкой.

На рисунке 1.3 представлена еще одна модификация прибора для определения влажности зернового сырья, основанного на измерении его диэлектрических характеристик – влагомер «Фауна».

1.3 Рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ

Метод определения массовой доли сухих веществ с помощью рефрактометра отличается высокой точностью и технической простотой и введен стандартами при анализе патоки, меда, плодово-ягодных полуфабрикатов и т.п. Он используется также для определения массовой доли сахара и жира в некоторых продуктах.

Сущность метода заключается в следующем. Если луч света переходит из одной среды в другую и оптическая плотность этих сред различна, то он частично отражается от поверхности раздела, а частично переходит во вторую среду, изменяя при этом свое первоначальное направление, т.е. преломляется. Показателем (коэффициентом) преломления называется отношение синусов угла падения и угла преломления

Конструкция большинства рефрактометров, применяемых в пищевой промышленности для определения показателей преломления жидкостей, основана на измерении предельного угла преломления. Основная деталь таких приборов - призма с точно известным показателем преломления, на которую наносят испытуемые жидкости и растворы.

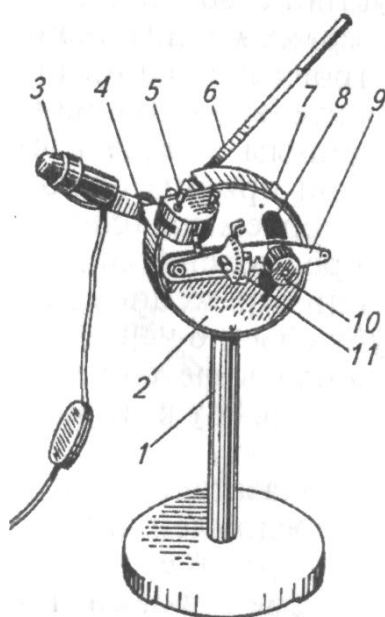
Коэффициент преломления является одной из характерных констант вещества, он зависит от природы вещества, а также от длины волны падающего

света и температуры окружающего воздуха. Коэффициент преломления при прочих равных условиях зависит от концентрации раствора: чем выше концентрация раствора, тем больше значение коэффициента преломления. Таким образом, по показателю преломления можно определить массовую долю веществ в растворе. Такая зависимость не для всех веществ строго одинакова. Для сахарных растворов существует зависимость между показателем преломления и количеством растворенного сахара. Показатель преломления других веществ, присутствующих в растворе наряду с сахарозой, часто приравнивается к показателю преломления сахарозы, таким образом, определяется общее содержание сухих веществ в исследуемом растворе. Если же основным веществом в растворе является не сахароза, а какое-либо другое вещество, необходимо учесть разницу между показателем преломления рефрактометра и содержанием сухих веществ подобного раствора, которое определено каким-либо другим методом (при помощи пикнометра, сушкой).

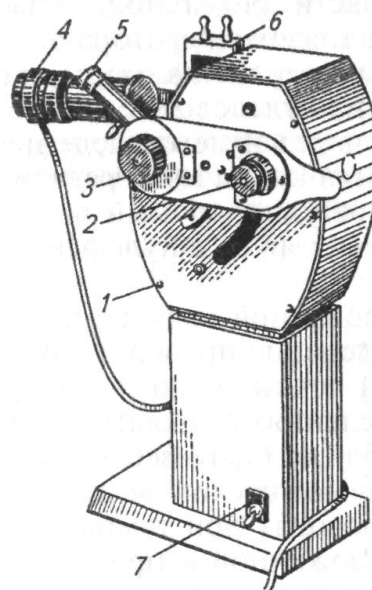
Для определения коэффициентов преломления и содержания сухих веществ широко используют рефрактометры РПЛ-3 – пищевой лабораторный, УРЛ – универсальный, ИРФ 454Б2М – лабораторный (представленные на рисунке 1.4) и др.

При работе на рефрактометре РПЛ-3 лампочку устанавливают так, чтобы свет был направлен на призмы для неокрашенных или слегка окрашенных жидкостей в верхнее окно. В случае использования темноокрашенных жидкостей верхнее окно закрывают ширмой и свет направляют в нижнее окно, из которого вынимают пробку. Окуляр устанавливают на фокус по глазам оператора, вращая головку окуляра до тех пор, пока изображение шкалы и визирной линии не станет четким.

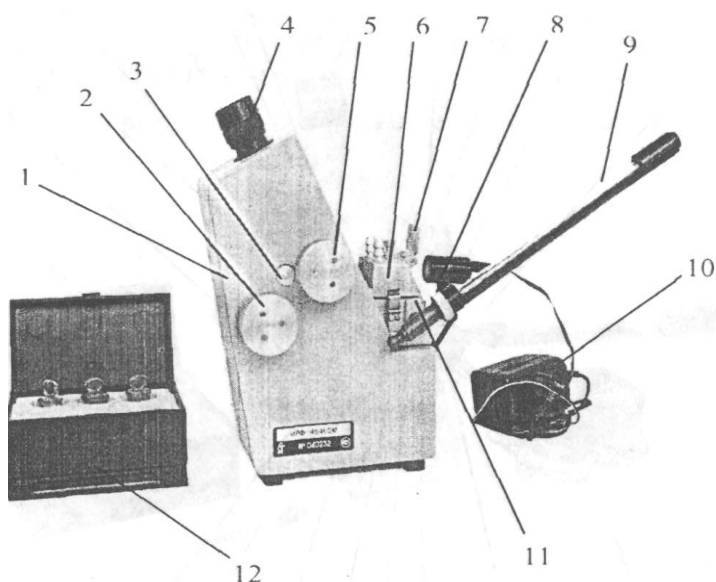
Определению предшествует проверка правильности показаний рефрактометра по дистиллированной воде. Для этого открывают верхнюю призму, укрепленную на шарнире. На нижнюю наносят оплавленной стеклянной палочкой две капли дистиллированной воды (призмы при этом не касаются), затем верхнюю призму закрывают. Рукоятку с окуляром



а)



б)



в)

а) рефрактометр РПЛ-3: 1- штатив, 2 – корпус, 3 – осветитель, 4 – нижняя призма, 5 – верхняя призма, 6 – термометр, 7 – пробка для торцевого ключа, 8 – шкала, 9 – рукоятка, 10 – окуляр, 11 – дисперсионный компенсатор;

б) рефрактометр УРЛ: 1 – корпус, 2 - окуляр, 3 - дисперсионный компенсатор, 4 – осветитель, 5 – термометр, 6 - верхняя призма, 7 – выключатель;

в) рефрактометр ИРФ 454Б2М: 1 - корпус, 2 - маховик перемещения границы света-тени, 3 - заглушка для торцевого ключа, 4 – окуляр, 5 - маховик дисперсионного компенсатора, 6 - осветительная призма, 7 – заслонка, 8 – осветитель, 9 – термометр, 10 - блок питания, 11 -оправа измерительной призмы; 12-упаковка для хранения принадлежностей

Рисунок 1.4 – Внешний вид рефрактометров

передвигают до совмещения визирной линии (три пунктирных штриха) с границей темного и светлого полей. Если на границе светлого и темного полей будет заметна радужная полоса, то ее убирают при помощи рычажка компенсатора. Рефрактометр считается установленным, если граница светлого и темного полей находится напротив показателя преломления, равного 1,333, который соответствует содержанию сухих веществ 0,0 %. Если же будет отклонение, то с помощью специального торцевого ключа, прилагаемого к рефрактометру, это исправляют.

После проверки правильности показаний рефрактометра призмы тщательно промывают и протирают досуха чистой хлопчатобумажной тканью, марлей или ватой. На нижнюю призму наносят две капли испытуемой жидкости, соединяют призмы, передвигают рычаг с окуляром до совмещения визира с границей темного и светлого полей и отсчитывают по шкале показатель преломления или содержание сухих веществ, отметив температуру, которая должна находиться в интервале от 10 °С до 30 °С, по термометру, укрепленному на рефрактометре.

Для приведения показаний рефрактометра к температуре 20 °С пользуются таблицей температурных поправок, прилагаемой к прибору.

Многие конструктивные элементы рефрактометров УРФ и ИРФ 454Б2М, так же как и оптическая схема, незначительно отличаются от соответствующих элементов и их схем рефрактометра РПЛ-3, поэтому работа на них осуществляется так же, как и в рефрактометре РПЛ-3.

1.4 Определение плотности жидких материалов

Плотность жидкости является одной из основных физических величин (параметров), характеризующих ее свойства, а в ряде случаев и состав. Измерение плотности играет существенную роль как при проведении исследовательских работ, так и при осуществлении контроля за ходом

технологических процессов и их автоматизации практически во всех отраслях пищевой промышленности, особенно в сахарной, кондитерской, спиртовой, винодельческой, пивобезалкогольной и др. При этом осуществляется измерение плотности самых разнообразных жидких продуктов гомогенных и гетерогенных, агрессивных и нейтральных, чистых и включающих различные взвешенные частицы, кристаллы, пузырьки газов.

Весьма существенна роль измерения плотности при организации системы учета продуктов по массе при их приемке, хранении и отпуске, когда масса вещества не может быть измерена непосредственным взвешиванием и определяется по результатам измерения объема и плотности.

Плотностью называется масса вещества, заключенная в единице объема, т.е.

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (1.3)$$

где ρ - плотность однородного вещества или средняя плотность неоднородного вещества, кг/м^3 ;

m - масса вещества, кг ;

V – объем вещества, м^3 .

Если в процессе измерений меняется температура жидкости, то результаты измерений приводятся к нормальной температуре по формуле:

$$\rho_{t_0} = \frac{\rho_t}{1 + \beta \cdot (t - t_0)}, \quad (1.4)$$

где ρ_t и ρ_{t_0} - плотности соответственно при фактической температуре t во время определения и температуре $t_0 = 20^\circ\text{C}$, кг/м^3 ;

β - температурной коэффициент объемного расширения.

Известно множество приборов для определения плотности жидкостей, основанных на различных принципах измерений, охватывающих широкий

диапазон и обеспечивающих высокую точность измерения. По принципу действия плотномеры, применяемые для контроля различных жидкостей подразделяются на механические, радиоизотопные и акустические. Известны также приборы, основанные на использовании оптических, тепловых, гидродинамических свойств жидкостей, однако они не получили широкого распространения в пищевой промышленности.

К простейшим приборам, применяемым для измерения плотности, наиболее часто применяемым в лабораторной практике относятся ареометры и пикнометры. Для более точного определения плотности жидкость зачастую подвергают предварительному воздействию (вакуумированию, центрифугированию и т.д.) с целью удаления из нее воздушных включений. Одним из оптических приборов, с помощью которого можно определять плотность косвенным методом является рефрактометр.

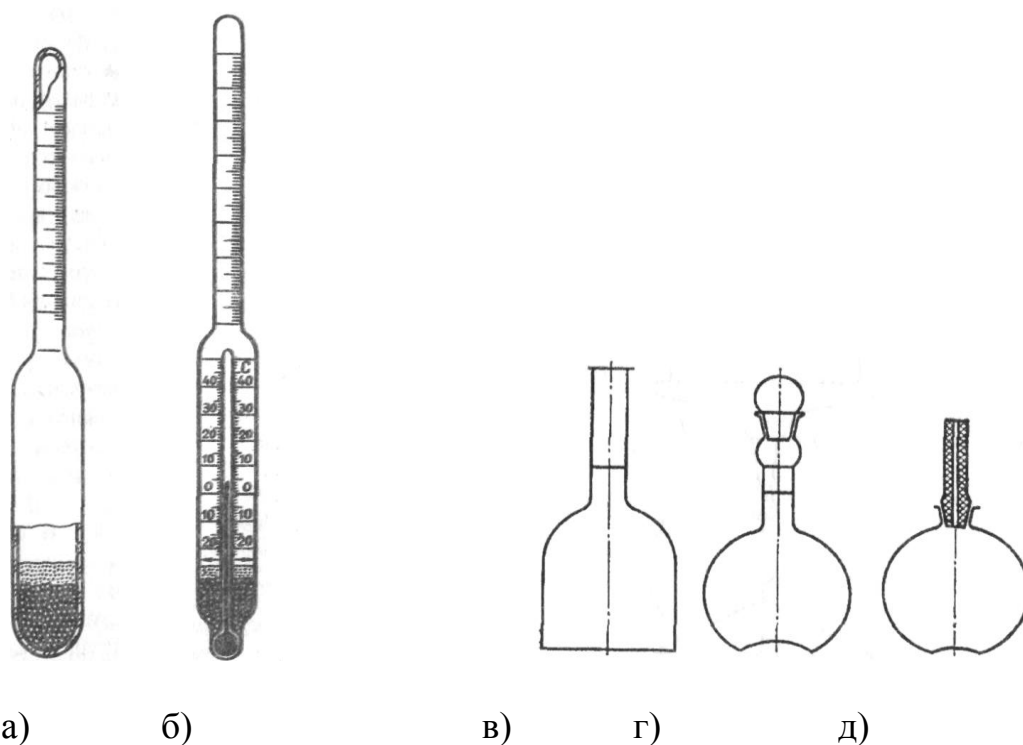
Наиболее часто для лабораторного определения плотности жидкости применяется два метода: ареометрический и пикнометрический.

Ареометр – прибор для измерения плотности, представляет собой полый запаянный цилиндрический сосуд с узкой трубкой сверху, снабженной градуированной шкалой. На дне ареометра находится балласт (дробь), масса которого рассчитана для измерения плотности в заданном диапазоне. Выпускаются также ареометры, со встроенными термометрами для контроля температуры анализируемого вещества (рисунок 1.5).

При измерении плотности жидкости ее наливают в цилиндр, внутренний диаметр которого больше диаметра корпуса ареометра не менее чем в двое, а высота несколько превышает длину ареометра. Уровень жидкости должен быть на несколько сантиметров ниже верхнего края цилиндра. Жидкость тщательно перемешивают. Чистый сухой ареометр погружают осторожно в жидкость, держа за верхний конец. Ареометр отпускают когда станет ясно, что он плавает в жидкости. При определении ареометр не должен касаться стенок и дна цилиндра. Через промежуток времени от 2 до 3 мин, когда ареометр придет в

равновесное состояние и его температура уравнивается с температурой анализируемой жидкости, снимают показания плотности по шкале ареометра.

Пикнометр – специальная колба точно известной вместимости, которая служит для определения плотности веществ. Существует много разновидностей пикнометров, отличающихся формой, объемом, закрываемые притертой пробкой или пробкой с капилляром (рисунок 1.5).



а) ареометр, б) ареометр со встроенным термометром,
в) пикнометр с длинной шейкой, г) пикнометр с пришлифованной пробкой, д) пикнометр с капилляром

Рисунок 1.5 – Ареометры и пикнометры

При определении плотности пикнометрическим методом следует особое внимание уделять чистоте пикнометров. Перед определением чистый пикнометр помещают на 15 мин рядом с аналитическими весами, затем взвешивают 3-5 раз с точность до четвертого десятичного знака и

подсчитывают среднее арифметическое значение массы пустого пикнометра. Пикнометр заполняют исследуемой жидкостью до метки, темперируют при температуре 20 °С не менее 30 мин, устанавливают уровень жидкости точно по метке (с помощью свернутой в трубочку фильтровальной бумаги) и взвешивают. Плотность анализируемого вещества находят как отношение массы вещества к занимаемому им объему.

1.5 Определение массовой доли минеральных веществ

По количеству золы судят о содержании минеральных элементов в исследуемом объекте. При прокаливании органические вещества превращаются в летучие соединения, а минеральные - остаются в виде золы. Естественные минеральные вещества по количественному содержанию подразделяют на три группы: макроэлементы (калий, кальций, магний, натрий, фосфор, железо и др.), содержание которых превышает 1 мг на 100 г продукта, микроэлементы (медь, цинк, иод, фтор, марганец, алюминий и др.), содержание которых менее 1 мг на 100 г продукта, ультрамикроэлементы (золото, ртуть и др.), количество которых в продукте исчисляется тысячными долями миллиграмма на 100 г продукта.

Некоторые минеральные вещества могут улетучиться при озолении вместе с продуктами разложения органических веществ, другие меняют при озолении свой состав и переходят из одних соединений в другие. Следовательно, состав золы косвенно характеризует минеральный состав исследуемых продуктов.

В объектах пищевого производства, кроме естественных минеральных веществ, присутствуют вещества, которые попадают в продукт в процессе производства и транспортировки из окружающей среды (железо, песок, глина и др.). Поэтому по количеству минеральных элементов можно косвенно судить о нарушении технологического процесса или санитарного режима производства готовых изделий или сырья и полуфабрикатов, используемых для их изготовления.

Как правило, определяют два вида золы: общее ее содержание и содержание золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте.

Определение общего содержания золы

Общее количество золы - остаток минеральных веществ, образующихся после сжигания всех органических веществ в объекте исследования. В общую золу входят все минеральные вещества объекта исследования.

Навеску объекта исследований массой 5 г берут с точностью $\pm 0,01$ г в предварительно прокаленный, охлажденный и взвешенный тигель. Объекты исследования с большим количеством влаги предварительно подсушивают в сушильном шкафу при температуре 90-100 °С.

Тигель с навеской помещают в фарфоровый треугольник и осторожно нагревают над пламенем газовой горелки до полного обугливания и видимого прекращения выделения продуктов сгорания. При этом тигель должен «висеть» в фарфоровом треугольнике, выступая над ним не более чем на 1/3 высоты тигля. Подогревать тигель следует медленно и осторожно, чтобы температура в нем повышалась постепенно. Вместо газовой горелки можно использовать электроплитку.

После полного обугливания тигель с навеской переносят в муфельную печь, нагретую до темно-красного каления, и сжигают до полного озоления. При этом зола становится белой или слегка серой, а черные частицы угля должны полностью исчезнуть. Полное озоление можно проводить также и на газовой горелке, осторожно прокаливая тигель до полного исчезновения частиц угля (до «белой золы»). Если в исследуемый объект входит значительное количество железа, то возможен красноватый или буроватый оттенок зольного остатка.

Тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе, крышку которого во избежание в нем вакуума закрывают не сразу. После охлаждения тигель с золой взвешивают.

Массовая доля золы X , % рассчитывается по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m}, \quad (1.5)$$

где m_1 – масса тигля с остатком золы, г;

m_0 – масса тигля, г;

m – масса навески исследуемого объекта, г.

Определение массовой доли золы, нерастворимой в 10 %-ной соляной кислоте

Нерастворимая зола - это часть общего количества золы, оставшаяся нерастворимой после обработки ее 10%-ной соляной кислотой. При обработке остатка после сжигания органических веществ раствором 10%-ной соляной кислоты в раствор переходят почти все составные части золы. Нерастворенным в соляной кислоте остается в основном только диоксид кремния SiO_2 . По результатам анализа можно сделать заключение о количестве песка и других посторонних веществ, попавших в объект исследования при производстве, транспортировке или с недостаточно хорошо очищенным сырьем.

Массовая доля золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте, является важнейшим физико-химическим показателем качества пищевых продуктов и регламентируется в нормативной документации.

Техника проведения анализа заключается в следующем: взятие навески, ее подготовка к прокаливанию и охлаждение тигля с золой проводят так же, как при определении общего содержания золы. В охлажденный тигель с общей золой вносят мерным цилиндром 30 см^3 10 %-ной соляной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 30 мин. Затем содержимое тигля фильтруют через беззольный фильтр. Тигель тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до тех пор, пока фильтр не перестанет давать положительную реакцию на ион хлора.

К нескольким каплям фильтрата на часовом стекле прибавляют 1 каплю концентрированной азотной кислоты и 1 каплю 2 %-го раствора нитрата серебра. Отсутствие мути от выпадающего хлорида серебра указывает на отсутствие иона хлора.

Осадок на фильтре с воронкой слегка подсушивают в сушильном шкафу. Немного влажный фильтр с осадком, осторожно взяв его за внешнюю сторону, переносят в прокаленный и взвешенный тигель. Фильтр с осадком сжигают до полного озоления, затем прокаливают, охлаждают и взвешивают, как указано выше при определении общего содержания золы. Массовую долю золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте, вычисляют по формуле (1.5).

1.6 Поляриметрический метод определения массовой доли крахмала в сырье и пищевых продуктах

Одним из составных компонентов сырья пищевых производств и продуктов питания является крахмал.

Крахмал в основном состоит из полисахаридов, образующих при кислотном гидролизе глюкозу. Поэтому существующие методы количественного определения крахмала основываются на использовании различных свойств глюкозы: ее редуцирующей способности, оптической активности и др.

Наиболее распространенными методами определения массовой доли крахмала являются поляриметрический, колориметрический и гравиметрический.

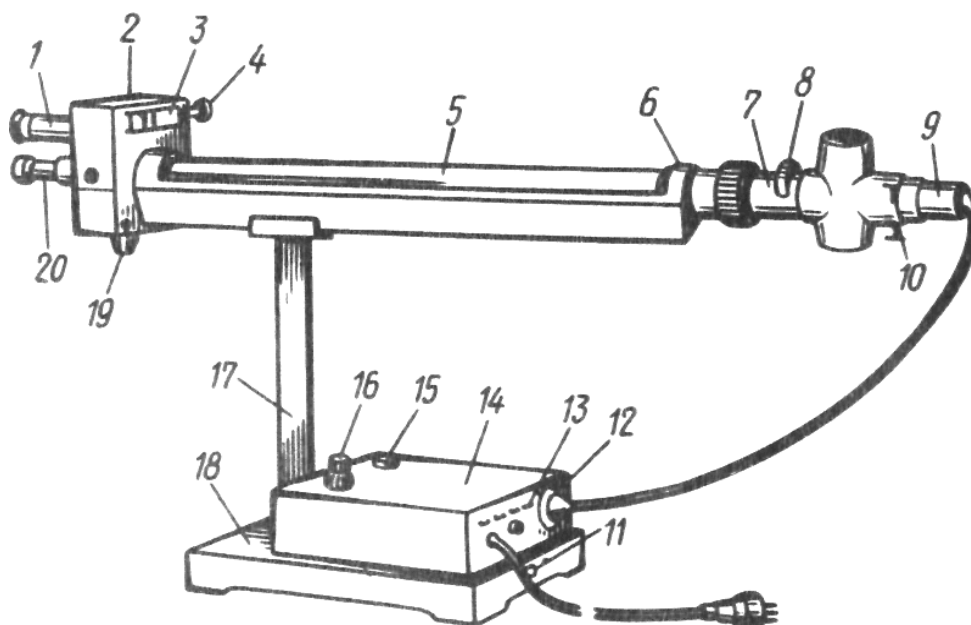
Для определения содержания крахмала этими методами необходимо предварительно перевести его в растворимое состояние и гидролизовать, что достигается обработкой исследуемого объекта либо соляной кислотой (методы Эверса, Линтнера, Архиповича), либо хлоридом кальция. С целью удаления сопутствующих веществ, мешающих определению (в основном белков), и

осветления гидролизата раствор обрабатывают реактивом-осадителем: фосфорно-вольфрамовой, пикриловой кислотами или молибдатом аммония или реактивом Карреза. Прозрачный раствор поляриметрируют.

Поляриметрический метод физико-химического анализа основан на измерении вращения плоскости поляризации оптически активными веществами. Для измерения оптической активности веществ используют поляриметры. В поляриметре свет от источника проходит через поляризатор, поляриметрическую трубку с анализируемым веществом, поворачивающим плоскость поляризованного луча, далее в анализатор с устройством, фиксирующим значение поворота плоскости поляризованного луча, и попадает в зрительную трубу. Наибольшее распространение получили так называемые «полутеневые» поляриметры, в которых после основного поляризатора ставят еще один, занимающий половину зрения и несколько повернутый относительно первого поляризатора. Малейшее отклонение анализатора при таком устройстве поляризатора создает неравенство освещенности двух половинок поля зрения и может быть замечено и исправлено оператором. В приборе оператор видит три возможных положения поля зрения: когда правая половина темнее левой, когда левая половина темнее правой и когда обе половины имеют одинаковую освещенность. Третье положение соответствует полной компенсации анализатором поворота плоскости поляризованного луча в исследуемом веществе (растворе), поэтому при таком положении отсчитывают показания со шкалы прибора. Результат определения угла поворота плоскости поляризации на поляриметрах получают в круговых градусах. Для перехода от круговых градусов к концентрации исследуемого раствора или массе определяемого компонента необходимы дополнительные расчеты.

В пищевой промышленности применяют специальные более удобные поляриметры типа СУ, в которых применена международная сахарная шкала, 100 °S этой шкалы соответствуют 34,62 ° угловым, эти приборы называют сахариметры (рисунок 1.6). В сахариметрах для компенсации поворота плоскости поляризованного луча исследуемым раствором в качестве

анализатора используют специальные кварцевые клинья. Конструкция сахариметра дает возможность использовать не монохроматический свет натриевой лампы, а свет от обычных источников (электрической лампочки).

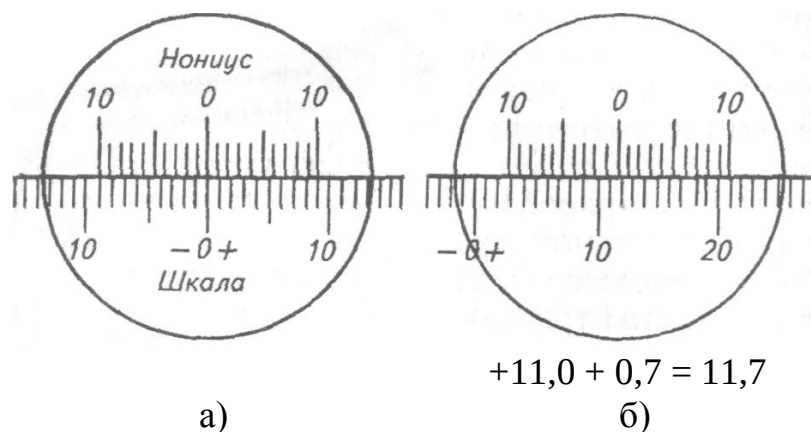


1 – окуляр шкалы нониуса, 2 – измерительная головка, 3 – винт механизма установки нониуса, 4 – съемный ключ для винта механизма установки нониуса, 5 – кюветное отделение, 6 – траверса, 7 – оправа с поляризатором и полутеневой пластиной, 8 – поворотная обойма со светофильтром и диафрагмой, 9 – осветительный узел, 10 – винт для установки патрона с лампой, 11 – винт заземления, 12 – разъем для подключения осветителя к трансформатору, 13 – предохранитель, 14 – блок питания, 15 – кнопка включения осветителя, 16 – ручка резистора для регулирования яркости поля зрения, 17 – стойка, 18 – основание, 19 – рукоятка клинового компенсатора, 20 – окуляр анализатора.

Рисунок 1.6 – Конструкция сахариметра СУ-4

Для подготовки к работе сахариметр устанавливают так, чтобы окно находилось за спиной оператора. После включения осветителя устанавливают окуляры шкалы нониуса и анализатора по глазу оператора (вращая оправы окуляров). Затем проверяют установку прибора на ноль. При этом крышку кюветного отделения закрывают без установки в него кюветы. Вращением рукоятки клинового компенсатора уравнивают яркость полей сравнения и производят отсчет. При правильной регулировке в этом положении нулевое деление шкалы должно совпасть с нулевым делением нониуса (рисунок 1.7, а). При отсутствии совмещения нониус перемещают установочным ключом.

Для проведения определения с одной стороны поляриметрической трубки вывинчивают гайку и снимают плексигласовое стекло. Трубку ополаскивают и заполняют исследуемым раствором. При этом должен образоваться выпуклый мениск. Плексигласовое стекло тщательно вытирают и закрывают им трубку. Проверяют, нет ли в трубке пузырька воздуха, и закручивают гайку. Трубку с раствором помещают в камеру, вращением ручки клинового компенсатора добиваются полного уравнивания обеих половинок поля зрения и снимают со шкалы показания прибора. На рисунке 1.7, б показано положение нониуса при показании прибора $11,7^{\circ}$.



а) – $0,0^{\circ}$; б) – $11,7^{\circ}$

Рисунок 1.7 – Отсчетная шкала сахариметра с нониусом

Техника определения содержания крахмала поляриметрическим методом Эверса заключается в следующем: в сухую мерную колбу вместимостью 100 мл вносят 25 мл 0,31 н раствора соляной кислоты и добавляют через воронку при постоянном перемешивании измельченную навеску исследуемого продукта массой 5 г. Когда материал будет полностью суспензирован, промывают воронку и горлышко колбы новой порцией (25 мл) той же кислоты. Колбу при постоянном перемешивании опускают в кипящую водяную баню и взбалтывают в течение 3 минут. Нагрев на бане продолжают еще 12 мин. По истечении 15 мин с момента погружения колбы в баню ее вынимают, вливают цилиндром 40 мл холодной дистиллированной воды и быстро охлаждают под краном до 20 °С.

Для осаждения белков и осветления раствора в колбу приливают цилиндром реактивы – осадители – по 2 мл реактива Карреза I и реактива Карреза II. Через 5 минут содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата (до 10 мл) не используют.

Прозрачным фильтратом температурой 20 °С наполняют поляризационную трубку длиной 200 мм и измеряют угол вращения плоскости поляризации на сахариметре.

Параллельно проводят контрольный опыт для внесения поправки на оптически активные водорастворимые вещества, не осаждаемые реактивами – осадителями и находящиеся в растворе.

Контрольный опыт: отвешивают 5 г измельченного исследуемого продукта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют цилиндром 70 мл воды и взбалтывают в течение 15 минут. Затем смывают горлышко колбы 10 мл дистиллированной водой, осветляют реактивом осадителем, используемым в основном опыте. Взбалтывают в течение 5 минут, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют. Отбирают пипеткой 50 мл фильтрата, переносят в мерную колбу

на 100 мл, добавляют 2 мл 25% - ной соляной кислоты, выдерживают 15 минут на кипящей водяной бане, охлаждают до 20 °С и поляризуют в трубке длиной 200 мм на сахариметре.

Содержание крахмала C , % на сухое вещество, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{(\alpha_{он} - \alpha_k) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{[\alpha]_D^{20} \cdot m \cdot l \cdot (100 - W)}, \quad (1.6)$$

где $\alpha_{он}$ – величина угла поворота плоскости поляризации, полученная оптически активными веществами в основном опыте, град сахариметра;

α_k – величина угла поворота плоскости поляризации, осуществляемая водорастворимыми оптически активными веществами (не крахмалом) в контрольном опыте, град. сахариметра;

m – масса продукта, взятого для анализа, г;

l – длина поляризационной трубки, мм;

$[\alpha]_D^{20}$ – удельная вращательная способность крахмала исследуемого продукта, град.

W – массовая доля влаги в исследуемом продукте, %.

При взятой для анализа навеске массой $m = 5$ г и длине поляризационной трубки $l = 2$ дм формула приобретает вид

$$C = \frac{(\alpha_{он} - \alpha_k) \cdot F \cdot 100}{100 - W}, \quad (1.7)$$

где F – коэффициент Эверса, равный $100/[\alpha]_D^{20}$. В таблице 1.4 даны величины удельной вращательной способности $[\alpha]_D^{20}$ и коэффициента Эверса (F) для основных видов крахмала.

Таблица 1.4

Крахмал	$[\alpha]_D^{20}$	F
Рисовый	185,9	1,886
Пшеничный	182,7	1,898
Кукурузный	184,6	1,879
Картофельный	194,5	1,775
Ржаной	184,0	1,885
Ячменный	181,5	1,912
овсяный	181,3	1,914

1.7 Колориметрический метод определение массовой доли сахаров в сырье и пищевых продуктах

Одним из компонентов сырья и пищевых продуктов являются сахара. Часто при оценке сырья и продуктов питания (особенно в кондитерском производстве) сахара делят на сахарозу и редуцирующие вещества (глюкоза, фруктоза, мальтоза, лактоза и др.) Определение содержания каждого из такого разнообразия видов сахаров представляет значительные трудности и обычно на практике не применяется. Для практических целей достаточно ограничиться определением двух условных показателей – «массовая доля редуцирующих веществ» и «массовая доля общего сахара».

Редуцирующими веществами (сахарами), или сахаром до инверсии, называют сумму всех сахаров (глюкоза, фруктоза, мальтоза, лактоза), восстанавливающих щелочной раствор меди или других поливалентных металлов. Реакция восстановления обусловлена наличием в этих сахарах альдегидных и кетонных (карбонильных) групп. Сахароза не содержит свободных карбонильных групп и поэтому не является редуцирующим сахаром.

Общим сахаром, или сахаром после инверсии, называют сумму всех сахаров, восстанавливающих щелочной раствор меди или других поливалентных металлов, получающихся после обработки в определенных условиях кислотой раствора, содержащего редуцирующие сахара и сахарозу.

Содержание редуцирующих веществ (РВ) можно определять различными методами: йодометрическим, перманганатным, феррицианидным и фотоэлектроколориметрическим.

Фотоэлектроколориметрический метод определения РВ со щелочным раствором феррицианида основан на взаимодействии редуцирующих сахаров, находящихся в растворе, с ионами железа (III), взятых в избытке. Феррицианид при этом в щелочной среде восстанавливается в ферроцианид. Интенсивность поглощения раствором феррицианида при длине волны 440 нм значительно превышает поглощение раствором ферроцианида, что позволяет по изменению оптической плотности определить количество редуцирующих веществ, прореагировавших с феррицианидом.

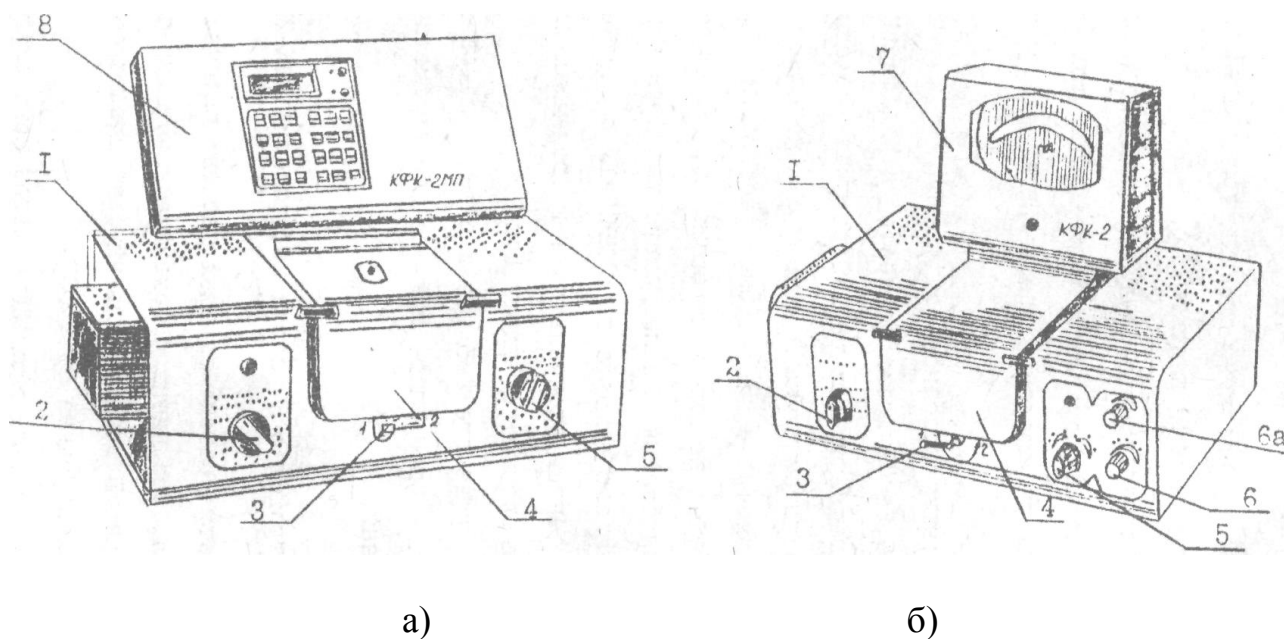
Принцип действия колориметров основан на поочередном измерении светового потока, прошедшего через растворитель или контрольный раствор (например, дистиллированная вода), по отношению к которому производится измерение, и светового потока, прошедшего через исследуемый раствор

В лабораторной практике часто используются колориметры КФК-2 и КФК-2МП, внешний вид которых представлен на рисунке 1.8.

Порядок работы на колориметре КФК-2

Порядок подготовки колориметра КФК-2 следующий:

- 1) колориметр включают в электрическую сеть за 15 мин до начала работы. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка фотоприемника перекрывает световой поток);
- 2) устанавливают необходимый для измерения цветовой светофильтр поворотом ручки 2;



а) колориметр КФК-2МП, б) колориметр КФК-2,
 1 – оптический блок, 2 – установка светофильтров, 3 – переключение кювет, 4 – крышка кюветного отделения, 5 - включение фотоприемников «Чувствительность», 6 – установка 2100 грубо», 6а – установка «точно», 7 – микроамперметр, 8 – вычислительный блок

Рисунок 1.8 – Общий вид колориметров КФК-2МП и КФК-2

- 3) при измерении светофильтрами 315, 364, 400, 440, 490, 540 нм, отмеченными на лицевой панели колориметра черным цветом, ручка 5 «Чувствительность» устанавливается в одно из положений «1», «2», «3», отмеченных на панели также черным цветом;
 при измерении светофильтрами 590, 670, 750, 870, 980 нм, отмеченными на лицевой панели колориметра красным цветом, ручка 5 «Чувствительность» устанавливается в одно из положений «1», «2», «3», отмеченных на панели также красным цветом;

- 4) устанавливают минимальную чувствительность колориметра. Для этого ручку 5 «Чувствительность» устанавливают в положение «1», ручку 6 «Установка 100 грубо» - в крайнее левое положение;
- 5) перед измерениями и при переключении светофильтров проверяют установку стрелки колориметра на «0» по шкале коэффициентов пропускания «Т» при открытом кюветном отделении. При смещении стрелки от нулевого положения, ее подводят к нулю с помощью потенциометра «Нуль», расположенного с правой стороны прибора.

Измерения коэффициентов пропускания на колориметре КФК-2 проводят в следующей последовательности:

- 1) в кюветное отделение помещают кювету с контрольным раствором, так, чтобы через нее проходил световой пучок, и в соседний отсек помещают кювету с анализируемым раствором;
- 2) закрывают крышку кюветного отделения 4;
- 3) ручками 5 «Чувствительность», 6 «Установка 100 грубо» , 6а «Точно» устанавливают стрелку на отсчет «100» по шкале колориметра. Если установить стрелку не удастся, переключают ручку 5 на повышенную чувствительность на «2» или «3» и еще раз проверяют отсчеты на «0» и «100»;
- 4) поворотом ручки 3 кювету с контрольным раствором заменяют кюветой с исследуемым раствором и производят отсчет по шкале прибора;
- 5) открывают крышку прибора 4, заменяют в кювете исследуемый раствор и вновь производят измерение 3-5 раз. Результатом измерений считают среднее значение этих отсчетов.

Порядок работы на колориметре КФК-2МП

Порядок подготовки колориметра КФК-2МП следующий:

- 1) колориметр включают в электрическую сеть, открывают кюветное отделение и включают тумблер «Сеть», при этом должна загореться

сигнальная лампочка (на цифровом табло могут появиться различные символы);

- 2) нажимают клавишу «Пуск» - на цифровом табло появляется мигающая запятая и горит индикатор «Р» (режим работы). Если запятая не появится – повторно нажать клавишу «Пуск»;
- 3) выдерживают колориметр во включенном состоянии в течение 15 мин при открытой крышке кюветного отделения
- 4) производят измерение «нулевого отсчета» при помощи клавиши «Ш(о)». Перед измерением «нулевого отсчета» крышку кюветного отделения открывают. По истечении 5 с нажимают клавишу «Ш(о)». На цифровом табло справа от мигающей запятой высвечивается значение «По», а слева – символ «0». Значение «По» должно быть не менее 0,001 и не более 1,000. Если отсчет «По» не укладывается в указанные пределы, добиться нужного значения необходимо с помощью потенциометра «Ноль», доступ к которому осуществляется через отверстие в правой стенке колориметрического блока. Установку значения «нулевого отсчета» производят для каждого светофильтра.

Измерения коэффициентов пропускания на колориметре КФК-2МП проводят в следующей последовательности:

- 1) в кюветное отделение устанавливают кюветы с контрольным и исследуемым раствором (кювету с контрольным раствором устанавливают в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо);
- 2) Ручкой 2 устанавливают необходимый светофильтр, ручкой 5 – нужный фотоприемник. При измерении со светофильтрами 315, 364, 400, 440, 490, 540 нм ручку 5 «Фотоприемник» устанавливают в положение «315-540». При измерении со светофильтрами 590, 670, 750, 870, 980 нм ручку 5 «Фотоприемник» устанавливают в положение «590-980»;
- 3) ручку 3 устанавливают в положение «1» (в световой пучок вводится кювета с контрольным раствором);

- 4) закрывают крышку кюветного отделения, нажимают клавишу «K(1)». На цифровом табло слева от мигающей запятой загорается символ «1»;
- 5) ручку 3 устанавливают в положение «2» (в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором);
- 6) нажимают клавишу «Д(5)». На цифровом табло слева от мигающей запятой появляется символ «5», означающий, что произошло измерение оптической плотности. Отсчет на цифровом табло справа от мигающей запятой соответствует оптической плотности исследуемого раствора;
- 7) заменяют в кювете исследуемый раствор и вновь производят измерение оптической плотности 3-5 раз. Результатом измерений считают среднее значение этих отсчетов.

***Определение массовой доли редуцирующих веществ
фотозлектроколориметрическим методом***

Техника определения РВ данным методом заключается в следующем. Первоначально строят калибровочный график. Для этого готовят стандартный раствор глюкозы путем растворения 1,6 г безводной глюкозы в мерной колбе вместимостью 1000 мл. После растворения навески в небольшом количестве дистиллированной воды, раствор в колбе доводят до метки. Если раствор готовят на месяц, необходимо ввести в колбу 150 г хлорида натрия и хранить в холодильнике.

В шесть конических колб вместимостью 250 мл вносят пипеткой по 25 мл щелочного раствора феррицианида и по 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; 9,5 мл стандартного раствора глюкозы (что соответствует 14, 15, 16, 17, 18, 19 мг глюкозы). Из бюретки соответственно приливают 9,0; 8,5; 8,0; 7,5; 7,0; 6,5 мл дистиллированной воды, тем самым доводя объем жидкости в каждой колбе до 41 мл. Содержимое каждой колбы нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Началом кипения считают появление первых пузырьков. Затем колбу охлаждают и определяют оптическую плотность раствора на фотозлектроколориметре при длине волны 440 нм в кювете с толщиной слоя

раствора 10 мм. Раствором сравнения служит дистиллированная вода. Значение оптической плотности определяют как среднее арифметическое трех определений. По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси ординат значения оптической плотности, а по оси абсцисс - соответствующие этим значениям массы глюкозы в миллиграммах.

Объект исследования тщательно измельчают в ступке. Массу навески m , г, рассчитывают по формуле

$$m = \frac{0,002 \cdot V}{P} 100, \quad (1.8)$$

где V – вместимость мерной колбы, мл;

0,002 – оптимальная для данного метода концентрация РВ раствора навески, г/мл;

P – предполагаемая максимальная массовая доля РВ в исследуемом изделии, % (например, для карамельной массы $P=22\%$).

Массу навески более 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, а менее 5 г – не более 0,001 г.

Навеску растворяют в стакане в дистиллированной воде, нагретой до температуры от 60⁰С до 70 ⁰С. Если изделие растворяется без остатка, то полученный в стакане раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200мл или 250 мл, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Если изделие в своем составе имеет вещества, нерастворимые в воде (мешающие сахара – белки, жиры, пектины, крахмал и т.д.), то навеску из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 200мл или 250 мл, смывая нерастворимые частицы в колбе дистиллированной водой примерно до половины объема колбы. Колбу помещают в водяную баню, нагретую до 60 ⁰С, при этой температуре временами взбалтывая, выдерживают в течение 15 мин. Охладив раствор до комнатной температуры, осаждают мешающие сахара, прибавляя к раствору в колбе 10 мл 1н раствора сульфата цинка, если масса навески была менее 5 г, и

15 мл, если масса навески была более 5 г, и такой объем 1 н раствора гидроксида натрия, который установлен отдельным опытом при титровании соответствующего объема раствора сульфата цинка с фенолфталеином. Содержимое колбы взбалтывают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу или колбу, которую предварительно ополаскивают один-два раза небольшой порцией прозрачного фильтрата.

В коническую колбу вместимостью около 150 мл вносят 25 мл щелочного раствора феррицианида, 10 мл исследуемого раствора и 6 мл дистиллированной воды, затем содержимое колбы доводят до кипения и кипятят точно 1 мин, охлаждают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм и толщине кюветы 10 мм не менее трех раз.

Если значение оптической плотности будет за пределами граничных значений, полученных при построении калибровочной кривой (обычно 0,3-0,6), то анализ повторяют, соответственно изменив количество добавляемого к раствору феррицианида исследуемого раствора и дистиллированной воды, сохраняя постоянный объем жидкости в реакционной колбе, равный 41 мл.

Массовую долю РВ $X_{рв}$, %, выраженную в глюкозе определяют по формуле

$$X_{рв} = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot V \cdot K}{10 \cdot m \cdot V_1}, \quad (1.9)$$

где m – масса навески изделия, г;

m_1 – масса глюкозы, полученная по калибровочному графику, мг;

V – вместимость мерной колбы, мл;

V_1 – объем исследуемого раствора, взятого для реакции с феррицианидом, мл;

1000 – коэффициент пересчета мг глюкозы в г;

K – поправочный коэффициент, учитывающий частичное окисление сахарозы (таблица 1.5).

Таблица 1.5

Массовая доля редуцирующих веществ по отношению к общему сахару, %	Поправочный коэффициент
5-10	0,91
10-15	0,93
15-20	0,94
20-30	0,95
30-40	0,97
40-60	0,98

Необходимость введения коррективов при определении редуцирующих веществ в присутствии значительных количеств сахарозы объясняется тем, что наряду с редуцирующими веществами феррицианидом частично окисляется и сахароза в щелочной среде.

Определение массовой доли общего сахара

Для определения общего сахара проводят гидролиз сахарозы. В реакционную колбу вместимостью около 150 мл отмеривают пипеткой 10 мл приготовленной вытяжки объекта и 4 мл 1н раствора соляной кислоты. Колбу ставят на электрическую плитку, жидкость доводят до кипения и кипятят ровно 1 мин, охлаждают до комнатной температуры. Затем в колбу вносят 2 мл 2н раствора гидроксида натрия для нейтрализации кислоты и затем 25 мл щелочного раствора феррицианида. Содержимое колбы доводят до кипения и кипятят 1 мин. После охлаждения заполняют полученным раствором кювету и определяют оптическую плотность так же, как и при снятии градуировочного графика. Если значения оптической плотности будут за пределами 0,3-0,6, то анализ повторяют, соответственно изменив количество добавляемого к раствору феррицианида исследуемого раствора.

Массовую долю общего сахара X_{oc} , %, выраженную в глюкозе вычисляют по формуле

$$X_{oc} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \quad (1.10)$$

где m – масса навески изделия, г;

m_1 – масса глюкозы, полученная по калибровочному графику, мг;

V - объем исследуемого раствора, приготовленный из навески, мл;

V_1 – объем исследуемого раствора, взятого для реакции с феррицианидом, мл;

1.8 Определение массовой доли жира

Для определения массовой доли жира в пищевых продуктах применяют методы, основанные на выделении жира из объектов исследования путем растворения его в растворителе. При этом извлекаются не только собственно жиры, но сопутствующие им вещества, способные растворяться в растворителе (органические кислоты: лимонная, винно-каменная и др.; воскообразные вещества). В связи с этим определение массовой доли жира носит условный характер, так как практически устанавливается массовая доля «сырого жира», т. е. массовая доля собственно жира и сопутствующих ему и извлекаемых растворителем веществ.

Для объектов пищевого производства разница в результатах анализа, проведенных различными растворителями, незначительна и лежит в пределах общей ошибки определения.

Вода, содержащаяся в тканях, препятствует диффузии жира из материала в растворитель. Поэтому перед экстракцией жира материал обезвоживают высушиванием.

Наряду с высушиванием при повышенных температурах материал также можно обезвоживать с помощью нейтральных водоотнимающих веществ. Для этого навеску изделия настаивают и кипятят со спиртом или растирают с безводным сульфатом натрия или гипсом.

В объектах пищевого производства жир может находиться в двух различных состояниях: специально введенный в изделия и содержащийся в клетках сырья и полуфабрикатов и являющийся их естественной составной частью. Жир из клеток сырья и полуфабрикатов извлекается труднее, чем введенный. Его извлечению способствует разрушение клеточных стенок, что частично достигается при измельчении объекта исследования.

Для полноты извлечения и сокращения продолжительности извлечения жира материал тщательно измельчают в ступке. На продолжительность и полноту извлечения значительно влияет размер частиц подготовленного к анализу материала. После измельчения материал весь пропускают через сито с отверстием диаметром 0,5 мм. Перед экстракцией анализируемые пробы рекомендуется растирать с песком.

Извлечение жира из клеточных тканей можно ускорить обработкой различными химическими реагентами, чаще всего соляной кислотой, которая способствует гидролизу белка, крахмала, пектина, что значительно облегчает доступ растворителя к жиру и его извлечение. В результате обработки соляной кислотой в водную часть (водную вытяжку) переходят также продукты гидролиза белков, крахмала, пектина и пищевые кислоты. Это впоследствии уменьшит попадание в раствор жира пищевых кислот и других подобных веществ при экстракции.

Количество извлеченного растворителем жира можно определить следующими способами:

- из полученной вытяжки отгоняют растворитель и, взвешивая остаток, находят массу «сырого жира»;
- после извлечения жира взвешивают массу обезжиренного остатка; количество «сырого жира» устанавливают по разности между навеской исследуемого объекта и полученной массой обезжиренного остатка;

- по различным физическим характеристикам полученной жировой вытяжки: плотности, коэффициенту преломления и др.; при этом точность анализа зависит в значительной степени от разницы значений выбранной физической характеристики у исследуемого жира и используемого растворителя.

Широко распространены методы, основанные на измерении коэффициента преломления, которые требуют сравнительно небольших затрат времени. В качестве растворителя в этих методах применяют органические вещества с высоким коэффициентом преломления: монобромнафталин - 1,658, моноклорнафталин - 1,633, трикрезилфосфат - 1,556.

В методах, основанных на измерении плотности, наиболее приемлем тетрахлорметан (четырёххлористый углерод), относительная плотность которого (около 1,6) значительно отличается от относительной плотности анализируемых жиров (около 0,9).

В методах, основанных на определении массы извлеченного жира или массы обезжиренного остатка, используют растворители с низкой температурой кипения, неспособные растворять другие, не входящие в состав «сырого жира» вещества. Температуры кипения некоторых растворителей составляют: этиловый эфир – 35 °С; петролейный эфир - 40-80 °С; бензол – 80,3 °С; хлороформ – 61,2 °С; тетрахлорметан – 76,5 °С.

Для использования предпочтительны хлороформ и тетрахлорметан. Применение других растворителей при проведении экспериментов требует большого внимания, так как сами растворители и их пары очень легко могут воспламениться.

Кроме того, следует учитывать, что эфир растворяет до 2 % воды. При использовании влажного эфира в жировую вытяжку могут частично перейти растворимые в воде вещества, например сахара, и исказить результаты анализа. Подобным же образом могут исказить (завысить) результаты анализа примеси к эфиру этилового или другого спирта. В связи с этим этиловый эфир перед употреблением очищают от спирта, взбалтывая его в делительной воронке с водой и высушивая с помощью прокаленного хлорида кальция. Перед использованием

этиловый эфир очищают перегонкой. Чтобы эфир не увлажнился, приемную колбу закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью. Нагревают эфир на водяной бане без огня.

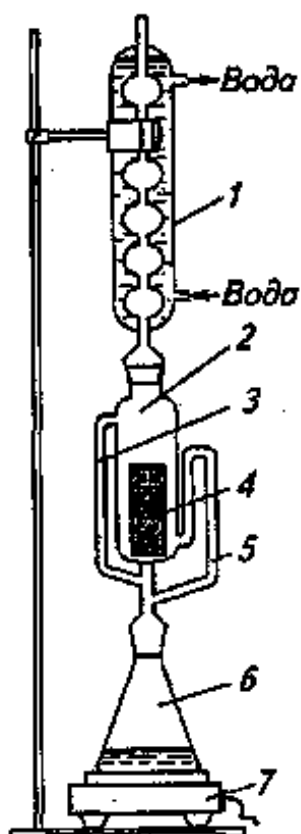
Эфир следует хранить в темном месте над гидроксидом калия, так как при хранении на свету накапливаются перекиси, которые могут вызвать взрыв. Наличие перекиси легко обнаружить по образованию коричневого окрашивания при добавлении калий-иод-крахмального раствора, подкисленного уксусной кислотой.

Определение массовой доли жира экстракционным методом на аппарате Сокслета

Этот метод является наиболее точным (классическим) и широко применяется в лабораторной практике. Метод основан на способности ряда органических растворителей, таких, как диэтиловый и петролейный эфиры, трихлорметан, тетрахлорметан, дихлорэтан и др., извлекать жир из сухого материала растительного и животного происхождения.

Аппарат Сокслета (рисунок 1.9) состоит из приемной колбы 6, экстрактора 2 и холодильника 1.

При нагревании и кипении пары растворителя свободно проходят из колбы 6 в холодильник 1 по трубке 3 экстрактора 2. В холодильнике они конденсируются, а капли конденсата стекают в экстрактор, где в специальном патроне 4 находится объект исследования. Накапливаясь в экстракторе, растворитель омывает патрон 4 и проникает внутрь него, извлекая жир из объекта исследования. Когда уровень растворителя с растворенным в нем жиром превысит высоту изогнутой трубки сифона 5, жидкость автоматически переливается в приемную колбу 6. Интенсивность нагревания на электроплитке 7 должна обеспечивать 5-6 сливов растворителя в течение 1 ч. Извлеченный жир остается (накапливается) в приемной колбе, а растворитель вновь отгоняется и конденсируется в холодильнике.



1 – холодильник; 2 – экстрактор; 3 – трубка экстрактора; 4 – патрон с объектом исследования; 5 – сифон; 6 – приемная колба; 7 - электроплитка

Рисунок 1.9 – Аппарат Сокслета

Для экстракции навеску измельченного объекта исследования предварительно высушивают, затем помещают в специальный патрон из фильтровальной бумаги, который готовят следующим образом.

Прямоугольным листом фильтровальной бумаги обертывают 3-4 раза цилиндрическую болванку (палку, металлический стержень и т. п.) так, чтобы бумага выступала за пределы стержня на величину его диаметра. Выступающую часть бумаги загибают так, чтобы образовалось дно патрона. Надавливают концом стержня на плоскую поверхность, при этом окончательно сформировывается дно болванки и заполняют подготовленным объектом исследования. Высота патрона должна быть меньше высоты сифона экстрактора на 10- 15 мм.

В качестве растворителей применяют тетрахлорметан (ГОСТ 20288-74) или хлороформ (ГОСТ 20015-88), этиловый эфир обезвоженный (ТУ 506804-97-90), петролейный эфир (ТУ6-02-1244-83) и бензол (ГОСТ 5955-75).

Техника проведения анализа заключается в следующем: навеску измельченного объекта исследования взвешивают в химическом стакане с точностью до $\pm 0,01$ г. Массу навески (5-10 г) рассчитывают в зависимости от массовой доли жира в исследуемом объекте так, чтобы в навеске было около 1-2 г жира. В стакан с навеской приливают 15-20 см³ дистиллированной воды и 20 см³ концентрированной соляной кислоты и перемешивают стеклянной палочкой. Затем стакан закрывают часовым стеклом и нагревают содержимое на кипящей бане в течение 5 мин. Часовое стекло споласкивают горячей дистиллированной водой над стаканом.

Подготавливают воронку с бумажным фильтром, смачивают фильтр дистиллированной водой, переносят содержимое стакана на фильтр, дают жидкости стечь и не менее 4 раз промывают остаток на фильтре горячей дистиллированной водой. Фильтр при промывании должен быть все время с водой, поэтому его наполняют водой сразу, как только стечет предыдущая порция жидкости. Промытый фильтр вынимают из воронки, помещают в бюкс и высушивают в сушильном шкафу при температуре 103-105 °С до постоянной массы.

Объекты исследования небольшой влажности (шоколад, халва, печенье и др.) можно не обрабатывать соляной кислотой.

Навеску измельченного объекта исследования (шоколад, халва, печенье и др.) или высушенный фильтр с навеской, обработанной кислотой, помещают в бумажный патрон, на дно которого предварительно помещают кусочек ваты. Дно патрона уплотняют так, чтобы закрыть все щели. Сверху патрон также плотно закрывают ватой. Патрон вкладывают в экстрактор. Приемную колбу предварительно высушивают и взвешивают с точностью до $\pm 0,01$ г. Затем ее не более чем на 2/3 от ее объема заполняют растворителем, которым предварительно ополаскивают бюкс для подсушивания после обработки соляной кислотой. Количество растворителя должно в 1,5 раза превышать объем экстрактора при заполнении его до

верхнего колена сифона. Колбу с растворителем плотно соединяют с экстрактором и холодильником и помещают на кипящую водяную баню. При использовании в качестве растворителя легко воспламеняющихся веществ (этиловый и петролейный эфир, бензол) применяют водяную баню только с закрытым электронагревателем. Экстрагирование из навески, не обработанной соляной кислотой, ведут не менее 5 ч, а из навески, обработанной соляной кислотой, - не менее 3,5 ч.

Для определения окончания экстрагирования из экстрактора отбирают 0,5-1 см³ жидкости и наносят на сухое часовое стекло или фильтровальную бумагу для испарения растворителя. Если после испарения растворителя стекло будет прозрачным или на бумаге не появится жирное пятно, экстракцию считают законченной. По окончании экстракции колбу с экстрагированным жиром и растворителем дают остыть. Разъединяют колбу, холодильник и экстрактор. Колбу присоединяют к нисходящему холодильнику и отгоняют растворитель. После этого помещают колбу на кипящую водяную баню и удаляют остатки растворителя. Колбу с жиром взвешивают с точностью $\pm 0,01$ г.

Массовая доля жира в объекте исследования Ж, % рассчитывается по формуле

$$\text{Ж} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (1.11)$$

где m_1 , m_2 – массы приемных колб с жиром и без жира, г;

m – масса навески исследуемого объекта, г.

Рефрактометрический метод

Рефрактометрический метод определения массовой доли жира основан на объемной аддитивности показателя преломления, т. е. показатель преломления раствора жира является средневзвешенной величиной (по объему) показателей преломления жира и чистого растворителя.

Из навески исследуемого объекта жир извлекают нелетучим растворителем с высоким показателем преломления. Объем растворителя отмеряют точно.

Измеряют показатель преломления смеси (раствора жира в растворителе), по которому с учетом заранее известных показателей преломления используемого растворителя и определяемого жира, объема и плотности растворителя рассчитывают массу извлеченного жира. Результат получают в процентах, отнеся полученную массу жира к массе навески объекта исследования.

Для анализа используют рефрактометры с пределом измерения по показателю преломления до 1,7.

Объект исследования тщательно измельчают. Массу навески устанавливают, исходя из предполагаемой (ориентировочной) массовой доли жира в объекте исследования согласно приведенным в таблице 1.6 данным.

Таблица 1.6

Предполагаемая массовая доля жира в объекте, %	Масса навески, г
Более 30	0,5
20-30	0,75
10-20	1,0
Менее 10	1,5

Для выполнения анализа используют следующие реактивы: монобромнафталин; гидроксид натрия (безводный); уксусную кислоту 80%-ной концентрации.

Техника проведения анализа заключается в следующем: измельченную навеску объекта исследования помещают в ступку или маленькую фарфоровую чашку и растирают пестиком в течение 2-3 мин. Затем приливают прокалброванной пипеткой 2,0 см³ растворителя и растирают содержимое ступки 3 мин. Для улучшения растворения и извлечения жира можно внести в ступку немного чистого сухого песка.

Если исследуемый объект содержит более 5 % воды, то ступку или чашку с навеской подсушивают в сушильном шкафу при температуре 103-105 °С и только после охлаждения вводят растворитель.

Содержимое ступки или чашки после экстракции жира растворителем фильтруют, используя небольшую воронку, в которую помещают складчатый фильтр. Фильтрат собирают в маленький стаканчик со стеклянной палочкой с оплавленными концами. Этой палочкой фильтрат перемешивают и наносят 2-3 капли на призму рефрактометра. Измерения проводят при температуре $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$.

Показатель преломления определяют 2-3 раза и из полученных показаний рассчитывают среднее арифметическое значение. При этой же температуре параллельно, так же как и для раствора жира, устанавливают показатель преломления чистого растворителя. Для этого 1-2 капли его наносят на призму рефрактометра.

Растворитель отмеривают прокалброванной по массе пипеткой. Плотность растворителя, применяемого для калибрования пипетки, определяют пикнометром.

Для калибрования пипетки в заранее взвешенный на аналитических весах стаканчик отмеривают растворитель и взвешивают. Операцию с отмериванием и взвешиванием проводят не менее 3 раз. При этом отмеривают тот объем растворителя, который в дальнейшем предполагается использовать в анализе. Из полученных результатов взвешивания вычисляют среднее значение массы растворителя. Разделив это значение на значение ранее определенной плотности, получают точный объем растворителя, отмериваемого данной пипеткой.

При применении монобром- или моноклорнафталины используют прокалброванную пипетку объемом 2 см^3 , при использовании трикрезилфосфата - объемом 5 см^3 .

Массовая доля жира в объекте исследования P , % определяется по формуле

$$P = \frac{V_p \cdot d_{ж} \cdot (n_p - n_{p.ж}) \cdot 100}{m \cdot (n_{p.ж} - n_{ж})}, \quad (1.12)$$

где V_p – объем растворителя, отмеренный прокалиброванной пипеткой, см^3 ;

$d_{\text{ж}}$ - плотность жира при $20\text{ }^\circ\text{C}$, г/см^3 ;

n_p , $n_{p,\text{ж}}$, $n_{\text{ж}}$ — соответственно показатели преломления растворителя, раствора жира и жира;

m - масса навески исследуемого объекта, г.

Для расчетов используют данные таблицы 1.7

Таблица 1.7 – Показатель преломления и плотности различных жиров

Масло	Показатель преломления (n_d^{20})	Плотность($d_{\text{ж}}^{20}$)
Какао	1,4647	0,913
Кунжутное	1,4730	0,919
Подсолнечное	1,4736	0,924
Сливочное	1,4605	0,920
Маргарин	1,4690	0,923
Арахисовое	1,4696	0,914

Некоторые объекты исследования содержат неизвестный жир или смесь жиров (какао-масло и сливочное масло в шоколаде с молоком, ореховое масло и какао-масло в пралине и т. п.). В этом случае показатель преломления устанавливают экспериментально, выделив предварительно неизвестный жир или смесь жиров из объекта исследования экстракцией растворителем.

Практически 5-10 г тонко измельченного объекта исследования смешивают с 15-20 см^3 петролейного эфира, хлороформа или тетрахлорметана (четырёххлористого углерода) и взбалтывают. Вытяжку отфильтровывают в колбу, а растворитель полностью отгоняют. Полученный жир подсушивают и 1-2 капли его наносят на призму рефрактометра. Полученное значение принимают за показатель преломления смеси жиров $n_{\text{ж}}$ и используют для расчета результатов

анализа. Для смеси жиров и неизвестного жира плотность условно можно принять равной $0,925 \text{ г/см}^3$.

Жир из объектов, включающих молоко, извлечь трудно, поэтому навеску их предварительно обрабатывают уксусной кислотой. Так, например, обрабатывают халву и все мучные кондитерские изделия, что облегчает переход жира в раствор.

Для обработки навески объекта исследования используется 80%-ный раствор уксусной кислоты.

Обработку навески и извлечение жира растворителем проводят следующим образом.

Навеску предварительно измельченного объекта исследования массой 1 г берут с точностью до $\pm 0,0002 \text{ г}$ и помещают в фарфоровую ступку. Затем прибавляют $0,5 \text{ см}^3$ дистиллированной воды и содержимое растворяют при нагревании на водяной бане. Вместо ступки может быть использована маленькая фарфоровая чашка. Введя около 1 части чистого сухого песка, все хорошо растирают, добавляют 1 см^3 уксусной кислоты 80%-ной концентрации и нагревают на песчаной бане в течение 2 мин. Охладив ступку (чашку), к содержимому прибавляют 2 см^3 монобромнафталена, отмеренного прокалиброванной по массе пипеткой (см. выше). Все тщательно растирают в течение 3 мин, добавляют 1 г безводного гидроксида натрия, перемешивают и фильтруют в маленький стаканчик с маленькой стеклянной палочкой с оплавленными концами. Показатель преломления определяют, как указано выше. Параллельно определяют показатель преломления чистого растворителя, взятого при тех же условиях.

Определение показателя преломления раствора жира и чистого растворителя проводят не менее 3 раз и за результат берут среднее арифметическое значение.

При рефрактометрировании жира или растворителя жира необходимо поддерживать температуру $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ или близкую к ней. Для компенсации отклонений от $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ вносят поправку, которая на каждый $1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ составляет: для жира $\pm 0,00035$; для монобромнафталена $\pm 0,00046$; для раствора жира $\pm 0,0004$. При температуре ниже $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ поправку берут со знаком «-», а при температуре

выше 20 °С - со знаком «+», т. е. от значения показателя преломления либо отнимают, либо прибавляют поправку. Например, раствор жира рефрактометрировали при температуре 22 °С. Значения рефрактометра составили 1,6381, с учетом поправки показатель преломления раствора жира $n_D = 1,6381 + 2 \cdot 0,0004 = 1,6389$.

В последнее время в качестве заменителя монобромнафталина и монохлорнафталина применяют трикрезилфосфат, который почти не имеет запаха и менее летуч.

Трикрезилфосфат - трикрезиловый эфир фосфорной кислоты $(\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{O})_3\text{P}$ с молекулярной массой 368,4. Существуют три изомера (орто-, мета- и пара-), различающиеся положением заместителей в бензольном кольце. Для анализа используют орто-трикрезилфосфат высокой степени очистки, который обладает стабильными свойствами. В частности, он не меняет своих свойств, например показателя преломления при нагревании на водяной бане в течение 10-15 мин.

Выполнение анализа по определению жира с применением трикрезилфосфата в основном не отличается от методики с использованием монобромнафталина. Изменение заключается в том, что для анализа берут 5 см³ трикрезилфосфата, а не 2 см³, как предусмотрено для монобромнафталина. После смешивания с навеской экстракцию проводят в течение 10 мин, нагревая смесь на водяной бане. Полученный раствор жира фильтруют в подогретом состоянии, а затем после охлаждения рефрактометрируют. Результат анализа рассчитывают по формуле (1.11), подставляя соответствующие данные трикрезилфосфата вместо монобромнафталина и результаты измерений.

Определение массовой доли жира с предварительным гидролизом

Сущность метода состоит в том, что навеску анализируемого продукта предварительно кипятят со слабым раствором соляной кислоты, при этом углеводы и белки, обволакивающие жиры, частично гидролизуются, а стенки клеток растений разрыхляются, в результате чего облегчается и ускоряется последующее извлечение жира растворителем. В качестве растворителя применяется хлороформ, имеющий большую плотность, чем вода.

Техника проведения анализа заключается в следующем: навеску продукта массой 10 г, взвешенную с точностью до $\pm 0,01$ г, вносят в коническую колбу вместимостью 300 см³. При содержании жира в изделии более 10 % навеску уменьшают до 5 г. Затем в колбу приливают 100 см³ 20 %-го раствора соляной кислоты, вносят кипяtilьные камешки, закрывают пробкой с воздушным холодильником и погружают в кипящую водяную баню на 30 мин. Затем колбу вынимают из бани и ее содержимое сразу нейтрализуют добавлением 20 г карбоната кальция. После прекращения выделения пузырьков CO₂ в колбу приливают 50 см³ хлороформа, плотно закрывают пробкой и энергично взбалтывают вручную или помещают в установку, где колбу встряхивают в течение 15 мин. Далее содержимое колбы переносят в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 2-3 мин для отделения хлороформного раствора жира. Верхний водный слой удаляют пипеткой, снабженной резиновой грушей. Хлороформный слой фильтруют в сухую колбу через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть воронки.

В сухую колбу вместимостью 100 см³, взвешенную с точностью до $\pm 0,002$ г, с помощью пипетки переносят 20 см³ фильтрата. Отор и фильтрацию следует проводить не более 2 мин.

Хлороформ отгоняют на водяной бане, собирая растворитель после холодильника.

Оставшийся жир сушат в колбе до постоянной массы при температуре 100-105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью $\pm 0,01$ г. Массовую долю жира в продукте В, % рассчитывают по формуле

$$B = \frac{50 \cdot (m_1 - m_2) \cdot 100}{20 \cdot m}, \quad (1.13)$$

где 50 - количество растворителя, взятое для извлечения жира, см³;

m_1 - масса колбы с высушенным жиром, г;

m_2 — масса пустой колбы, г;

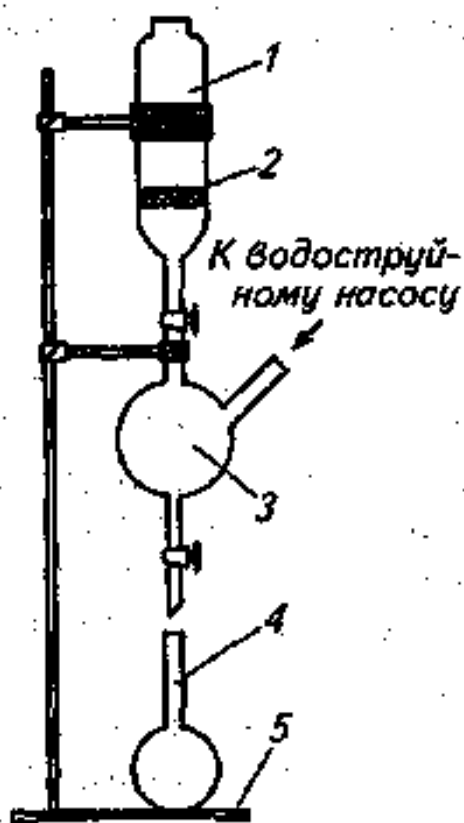
20 — количество фильтрата, взятое для определения жира, см³;

m — масса навески, г;

Определение массовой доли жира с использованием делительной воронки

Сущность метода заключается в извлечении жира из навески смесью хлороформа с этанолом, отделении экстракта на фильтрующей делительной воронке (рисунок 1.10) с последующим удалением растворителя.

Использование бинарного растворителя, состоящего из смеси хлороформа с этанолом, обеспечивает более полное извлечение жира из продукта.



1 – фильтрующая делительная воронка; 2 – стеклянный впаанный фильтр №2 или №3; 3 – приемник; 4 – мерная колба; 5 - штатив

Рисунок 1.10 – Прибор с фильтрующей делительной воронкой

Техника проведения анализа заключается в следующем: навеску пробы (около 2 г) взвешивают в бюксе с точностью до $\pm 0,0002$ г и переносят в фильтрующую делительную воронку 1 (рисунок 1.9), приливают 10 см³ смеси

хлороформа с этанолом, взятой в соотношении 2: 1, и проводят экстракцию, встряхивая навеску в течение 2 мин. Полученный экстракт с помощью водоструйного насоса отсасывают в приемник 3, из которого экстракт переливается в мерную колбу 4 вместимостью 50 см³. Экстрагирование одной и той же пробы проводят три раза, собирая экстракт в мерную колбу. По окончании третьей экстракции делительную воронку и приемник споласкивают 10-15 см³ экстрагирующей смеси. Этой же смесью объем жидкости в колбе доводят до 50 см³ и перемешивают.

С помощью резиновой груши 20 см³ экстракта переносят из мерной колбы в предварительно высушенный и взвешенный металлический бюкс, упаривают на водяной бане в течение 15- 20 мин (до исчезновения запаха растворителя), а затем высушивают. Массовую долю жира рассчитывают по формуле (1.11).

Определение массовой доли жира бутирометрическим методом

Сущность модифицированного бутирометрического метода заключается в выделении жира из объекта с помощью серной кислоты и изоамилового спирта с последующим измерением его объема после центрифугирования в бутирометре.

Серная кислота растворяет белки и таким образом ослабляет адгезию между жировыми шариками и другими веществами исследуемого продукта. Это способствует объединению отдельных мелких жировых шариков в сплошную массу. Процесс объединения ускоряется при нагревании. Изоамиловый спирт с серной кислотой образует сложный эфир изопентилсульфат.

В результате снижения поверхностного натяжения этот эфир способствует соединению отдельных жировых шариков. Кроме того, образование изопентилсульфата препятствует попаданию нерастворимого в воде изоамилового спирта в выделившуюся жировую фракцию. Отделению жира и слиянию мелких жировых шариков в сплошной жировой слой способствует центрифугирование.

Например, данный метод используют для анализа конфет типа «Птичье молоко» (конфетные корпуса), «Коровка», халвы, применяя бутирометры для сливок, а для различных видов печенья - бутирометры для молока.

При анализе используют следующие реактивы: серную кислоту относительной плотностью 1,5 или 60%-ный раствор; серную кислоту относительной плотностью 1,58—1,59 или 68%-ный раствор; изоамиловый спирт (ГОСТ 5830—79).

Перед исследованием проверяют пригодность изоамилового спирта. В бутирометр вводят 10 см³ концентрированной серной кислоты, 11 см³ дистиллированной воды и 1 см³ изоамилового спирта. Бутирометр закрывают, смесь встряхивают, центрифугируют 3–4 мин и оставляют в покое на 24 ч. После этого на поверхности жидкости в бутирометре не должно образовываться маслянистого пятна или слоя. Если слой образовался, спирт непригоден для анализа.

Техника проведения анализа заключается в следующем: навеску молочных конфет типа «Коровка», ириса или халвы массой около 2,5 г измельчают, помещают в химический стаканчик (для конфет типа «Птичье молоко» - около 5 г) и взвешивают на технических весах с точностью до $\pm 0,01$ г.

Затем прибавляют 2,5–3 см³ горячей дистиллированной воды и стеклянной палочкой тщательно перемешивают до получения однородной эмульсии. Через маленькую воронку полученную эмульсию переносят в бутирометр, споласкивая стаканчик малыми порциями раствора серной кислоты (относительной плотностью 1,58–1,59). Общий объем раствора серной кислоты должен составлять 20 см³. После полного перенесения навески отмеривают пипеткой 1 см³ изоамилового спирта и плотно закрывают бутирометр резиновой пробкой. Бутирометр обертывают полотенцем и, прижимая пробку большим пальцем, встряхивают его сначала осторожно, затем энергично так, чтобы масса хорошо перемешалась. Эту операцию проводят очень осторожно.

После перемешивания бутирометр помещают на 5 мин пробкой вниз на водяную баню, заполненную водой температурой 65–70 °С, периодически взбалтывая. Трубка бутирометра с жидкостью должна быть погружена в воду. Затем бутирометр вытирают и переносят в центрифугу.

Бутирометры располагают в центрифуге напротив друг друга. Если используют только один бутирометр или нечетное их число, то добавляют

бутирометр, заполненный водой. Бутирометры помещают в центрифуге пробкой к периферии, закрывают крышкой и центрифугируют 5-10 мин при частоте вращения не менее 1100 мин^{-1} .

После остановки центрифуги бутирометр вынимают и помещают на 5-10 мин на водяную баню температурой $65-70^\circ\text{C}$. Бутирометр периодически встряхивают и снова центрифугируют в течение 5-10 мин. После второго центрифугирования бутирометр выдерживают 5 мин на водяной бане (не встряхивая) и по шкале бутирометра визуально отсчитывают объем, занимаемый жиром. Причем отсчет производят, не охлаждая бутирометр. При нечетком разграничении фаз центрифугируют третий раз.

При отсчете бутирометр держат в вертикальном положении против света. Отсчитывают число делений, приходящихся на жировой слой. Перед отсчетом нижнюю границу жирового слоя устанавливают точно на каком-нибудь делении шкалы. Для этого осторожно перемещают пробку в бутирометре.

При массе навески в 5 г отсчет по шкале бутирометра для сливок соответствует содержанию жира в объекте и дополнительного расчета не требуется. При меньшей навеске значение, полученное по шкале бутирометра, умножают на отношение $5/m$, где m - навеска исследуемого продукта, г.

Когда анализируют печенье, то берут навеску массой 2,5 г и переносят ее в сухом виде, не смешивая с водой, непосредственно в бутирометр. Затем добавляют туда 20 см^3 серной кислоты относительной плотностью $1,5 \text{ г/см}^3$, 1 см^3 изоамилового спирта и центрифугируют 10 мин. Затем выдерживают в воде температурой 80°C в течение 50 мин. Бутирометр при этом периодически встряхивают. После этого по шкале бутирометра производят отсчет. Массовую долю жира D , % рассчитывают по формуле

$$D = \frac{a \cdot 5}{m}, \quad (1.14)$$

где a - значение, полученное по шкале бутирометра для молока;

5 — масса навески, которую используют для градуировки жироскопов с диапазоном измерения массовой доли жира от 1 % до 40 %;

m — масса навески объекта исследования, г.

1.9 Новые методы оценки технологических качеств зерна пшеницы с использованием информационных технологий

Определение и методология использования термина «жизненный цикл» закреплены в стандарте ISO 14040-99 (принципы и структура) - одном из серии международных стандартов, описывающих требования к системе менеджмента качества организаций и предприятий.

Непосредственно с концепцией жизненного цикла связана система менеджмента качества, основные принципы которой заложены в стандарте ISO 9000:2005. Серия стандартов ISO 9000 разработана Техническим комитетом 176 (ТК 176) Международной организации по стандартизации. В основе стандартов лежат идеи и положения теории всеобщего менеджмента качества (Total Quality Management, TQM).

Применительно к зерноперерабатывающей отрасли, включающей мукомольные и хлебопекарные предприятия, жизненный цикл зерна представляет собой последовательные связанные уровни технологии пищевых производств — начиная с выращивания и переработки зерна до реализации готовой продукции населению.

Системный подход к зерноперерабатывающему производству в рамках системы менеджмента качества подразумевает описание входных (сырье) и выходных (продукция) потоков, а также всех стадий превращения сырья, которые оно претерпевает при производстве конкретного продукта.

Действующая система критериев технологических свойств пшеницы должна обеспечивать высокое качество на всех этапах производства и

переработки зерна. Однако, многолетний анализ показывает, что признаки качества зерна, контролируемые на протяжении всего жизненного цикла пшеницы, не отвечают современным требованиям.

Недоверие к показателям качества, стандартизированным ГОСТ - натуре, стекловидности, числу падения, количеству и качеству клейковины связано с большой ролью в их формировании факторов внешней среды. Отсюда следует необходимость в дополнении стандартизированных показателей анализами структурно-механических, физико-химических, и прочих технологических свойств зерна.

Актуальными для пищевой промышленности являются исследования, направленные на разработку систем мониторинга потребительских свойств продуктов переработки зерна и готовых изделий, в частности, макаронных изделий.

Комплексные связи исследуемых технологических свойств зерна (структурно-механических качеств зерна), муки (реологических свойств теста), полуфабрикатов в виде теста, готовых макаронных изделий можно представить в виде схемы (рисунок 1.11).

При системном подходе к вопросу формирования качества готовой продукции необходимо выявить показатели, влияющие на показатели качества макаронных изделий в наибольшей степени. Желательно использовать для оценки качества как можно меньшее количество показателей, поскольку введение в систему оценки множества показателей увеличивает погрешность определения, трудоемкость анализов, создает дополнительные материальные затраты на проведение измерений на производстве.

При этом необходимо пользоваться наиболее информативными показателями, максимально полно характеризующими качества зерна и позволяющими прогнозировать качество полученной из него продукции. Для выявления таких показателей проводили исследования взаимосвязи показателей качества зерна, муки макаронного помола, макаронных полуфабрикатов и готовых изделий.

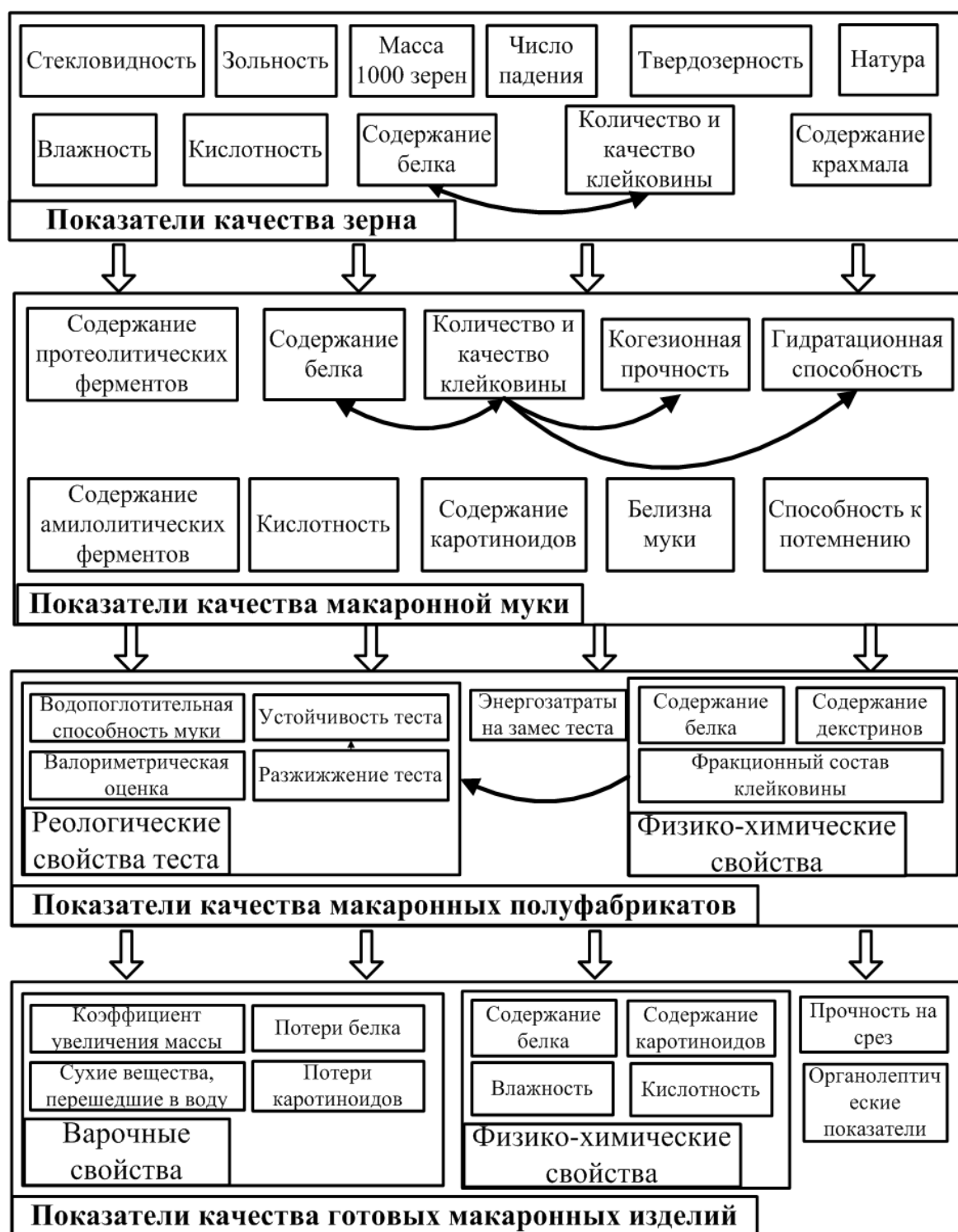


Рисунок 1.11 - Взаимосвязи исследуемых показателей качества пшеницы

Традиционный способ определения количества и качества клейковины зерна пшеницы основан на отмывании клейковины из размола зерна по стандартному методу согласно требованиям ГОСТ Р 54478-2011. Количество отмытой клейковины определяют взвешиванием, качество клейковины

определяют на приборах ИДК-1М, ИДК-2. Данный метод сопряжен со значительными временными и трудовыми затратами, необходимостью в точном дозировании и поддержании температурно-влажностного режима, а также характеризуется высокой субъективной погрешностью, даже при использовании известной автоматизации и механизации процесса отмыwania и анализа клейковины.

Использование ИК-спектрометров в экспресс-анализах с этой целью позволяет снизить трудовые и временные затраты, но не приводит к повышению точности оценки. Клейковина представляет собой сильно гидратированный гель, состоящий не только из белков, но и углеводов, липидов, минеральных веществ. Оценка количества клейковины на основе спектроскопического анализа количества белков зерна снижает точность определения. Качество клейковины в большей степени зависит не только от состава и соотношения различных фракций, входящих в состав клейковины белков, но и от степени их гидратации. Снятие спектра в ближней ИК-области относительно слабо характеризует данную характеристику клейковины.

Для определения технологических качеств зерна предлагается проводить фрактографический анализ частиц размола зерна. Фрактографическое исследование включают в себя изучение изломов не только невооруженным глазом, но и использованием оптического и электронного микроскопирования. Наиболее целесообразно пользоваться для анализа размола зерна, ввиду их размеров, методами оптической микроскопии.

Фрактографический анализ можно рассматривать как расширенный и модифицированный метод гранулометрического анализа мелкодисперсионных систем. В теории гранулометрического анализа оперируют такими характеристиками частицы как: длина, ширина, площадь, периметр, размер осей эллипса и др. На их основе рассчитываются параметры частиц более сложного порядка: эквивалентный размер, соотношение осей эллипса, коэффициент вытянутости частицы (отношение длины к ширине) и пр. О форме частиц чаще всего судят по показателям: коэффициенту округлости

частиц – представляющим собой отношение площади двумерной проекции частицы к ее периметру, эквивалентному диаметру частицы – представляющим собой квадратный корень из площади проекции частицы, и подобных им. Современные информационные технологии позволяют использовать для описания форм частиц более сложные и точные характеристики.

В центре прикладной физики МГТУ им. Б.Э.Баумана разработано гранулометрическое измерительное устройство ГИУ-1, реализованное на базе биологического микроскопа БИОЛАМ, позволяющее исследовать дисперсный и гранулометрический состав муки: производить измерение площадей отдельных частиц в пробе, определять морфологические особенности отдельных частиц. Однако, данные параметры недостаточно характеризуют форму частиц размола зерна, которая тесно связана с технологическими свойствами пшеницы и продуктов ее переработки.

Санкт-Петербургская ООО «Наноимпэкс» разработала PartAn 3001 L – Анализатор размера и формы частиц. Устройство имеет управляемую компьютером систему подачи образца, состоящую из: вибрационного устройства, желоба, воронки, воронки автоматического контроля высоты. Применяемое в данном анализаторе программное обеспечение дает возможность получить результаты по размеру частиц в длину, ширину, площади, периметру. Измеряются такие параметры частиц как: длина, ширина, площадь, периметр, основная и малая оси эллипса, на основе которых рассчитываются параметры, непосредственно характеризующие форму частиц, такие как эквивалентный диаметр, соотношение осей эллипса, компактность, округлость, вогнутость и выпуклость. Параметры, характеризующие форму частиц, основываются на значениях длины, ширины, площади, периметра, что недостаточно для объективного описания всего многообразия морфологических характеристик частиц размола зерна.

Задача определения качества зернопродуктов решалась специалистами Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова (г. Барнаул). В предлагаемых ими способах оценки качества зерна затронуты

анализы стекловидности и засоренности зерна, гранулометрический анализ, в котором в качестве геометрических параметров используются длина, ширина, площадь и периметр зерновки. Для повышения точности и производительности анализов стекловидности и засоренности зерна задействованы искусственные нейронные сети. Однако, в данном способе отсутствует реализация определения качества размола зерна.

Фрактография, в широком смысле, включает в себя методы исследования изломов материалов, строения поверхностей разрушений, микроструктуры веществ. Частицы размола зерна представляют собой такие поверхности. Получаемые специальным инструментарием изображения размола зерна можно подвергнуть компьютерной обработке с использованием алгоритмов технического зрения.

Компьютерное или техническое зрение может использоваться для самого разнообразного вида задач. В наших исследованиях оно использовалось для решения частных задач: обнаружения объектов (частиц размола зерна), попиксельных операций – увеличения контрастности, выделения краев, устранения шумов, геометрических преобразований.

Для анализа получаемых изображений разработано программное обеспечение на основе OpenCV. OpenCV – динамично развивающаяся библиотека алгоритмов технического зрения и анализа/обработки изображений. Характеризуется наличием открытого кода, отсутствием жесткой привязки к конкретной платформе PC (работает с операционными системами Microsoft Windows, Windows RT, Linux, Mac OS X, Android, iOS и т.д.). Разрабатывается для большого количества популярных языков программирования и свободно распространяется для академических целей. Ввиду вышеперечисленного данная библиотека является де-факто общим стандартным интерфейсом компьютерного зрения для приложений в этой области.

Поскольку анализ размола зерна для контроля его качества требует не только лабораторных одномоментных исследований, но и непрерывного мониторинга, на производстве необходимо разрабатывать и использовать

промышленные схемы оборудования для проведения фрактографического анализа методами оптической микроскопии. Примерная структурная схема такого оборудования представлена на рисунке 1.12.

Измерительное оборудование разделяется на заборное устройство, периодически формирующее пробу для анализа (размол зерна), после чего производится анализ образца на сканирующем устройстве. Определяются интересующие гранулометрические параметры размола. Полученные данные обрабатываются соответствующими алгоритмами, результат представляет собой прогноз технологических свойств зерна с указанием соответствующих погрешностей определения.

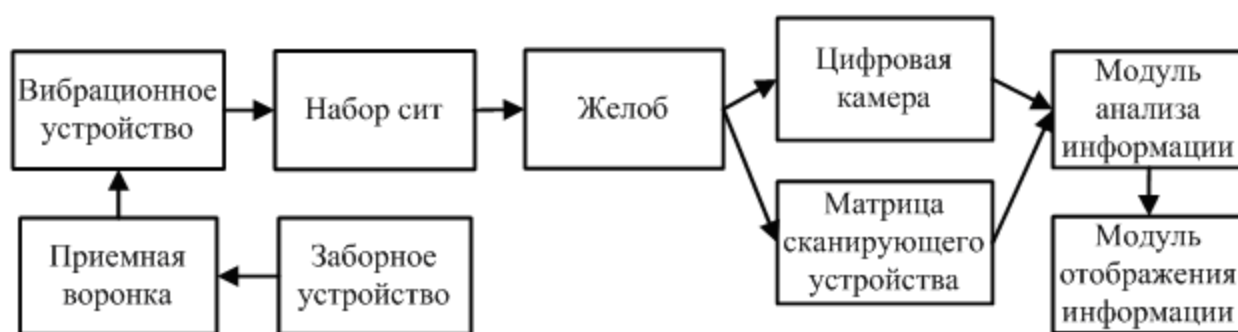


Рисунок 1.12 - Структурная схема измерительного оборудования

Промышленное оборудование предполагает распределение функций хранения, обработки и анализа информации путем организации локальных сетей, баз данных (рисунок 1.13).



Рисунок 1.13 - Функциональная схема измерительного оборудования

Современные технологии цифровой фотосъемки позволяют производить большое число отдельных кадров в секунд (более 30 регистраций в секунду). Таким образом, появляется возможность получить изображение каждой частицы с разных ракурсов, под разными углами зрения, а кроме того косвенно определять скорость потока частиц. За счет постоянного облучения и регистрации изображений в потоке размоленного материала организуется непрерывное поступление данных в модули анализа информации и модуль принятия решений (рисунок 1.14).

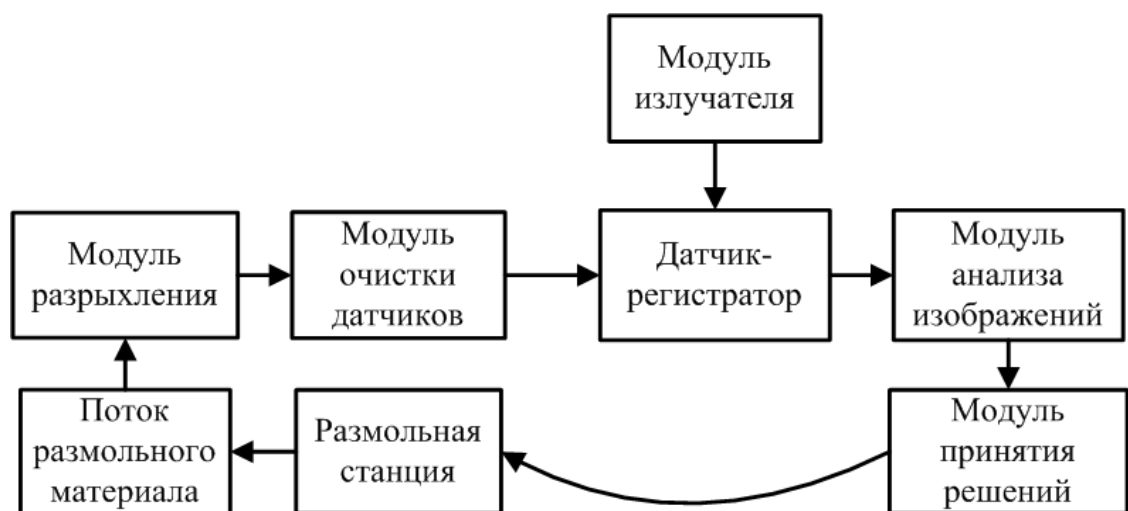


Рисунок 1.14 - Базовый элемент мониторинга процесса помола

Это позволяет производить непрерывный мониторинг помола и вносить корректировки в размольный процесс либо оператором, либо автоматически, по заранее заданному алгоритму. Для более адекватного принятия решения информация о определенных характеристиках частиц накапливается в течение заданного периода времени – производится статистическая обработка данных.

Собранные воедино модули представляют собой базовый элемент мониторинга процесса помола. Несколько таких элементов могут быть установлены в разных контрольных точках размольного процесса, обеспечивая тем самым наибольшую информативность о происходящих процессах.

На первом этапе работы необходимо детектировать отдельные объекты - частицы размола зерна, путем обрисовки их замкнутыми контурами. В результате такого анализа получается массив из двухмерных проекций контуров частиц - геометрических фигур, у которых определяются их основные размерные характеристики. В ходе исследований удалось выделить наиболее информативные параметры фигур. Из центров тяжести фигур алгоритмами технического зрения выделяют необходимое количество отрезков во все стороны, после чего вычисляют средние значения длин (X) и их вариацию (K) для каждой фигуры. При анализе достаточно большого количества фигур

частиц эти средние значения X и K в наибольшей степени характеризуют как линейный размер проекции частиц, так и ее форму.

Фрактографическому анализу подверглись образцы муки 70 % выхода лабораторного размола зерна пшеницы. Для осуществления эксперимента пробы зерна (100 г) размалывали на вальцовой мельнице Квадрумат Юниор, используя для просеивания сито с 70 % выходом муки, и выделяли среднюю навеску массой 100 мг. Полученную навеску наносили на предметные стекла или стеклянную панель сканера с помощью набора сит с разным размером отверстий, от наименьшего к наибольшему. Для обеспечения статистической достоверности результатов измерения частиц муки методом оптического микроскопирования произведены измерения нескольких тысяч частиц, сделав соответствующее количество микроснимков.

На этапе производства микроснимков размола зерна наибольший интерес представляет инструментальная (аппаратурная) погрешность измерений. В случае оптической микроскопии инструментальная погрешность может быть установлена на основании оптических характеристик аппаратуры. Основным критерием, влияющим на качество получаемых микрофотографий размола зерна, является разрешающая способность матрицы цифровой камеры или сканера. Использование матриц с достаточно высокой разрешающей способностью позволяет нивелировать инструментальную погрешность при производстве микроснимков размола зерна. Именно разрешающая способность, в основном, определяет насколько детально можно описывать мелкие объекты. В оптике она, чаще всего, измеряется в единицах dpi (количество точек на линейный дюйм). Например, разрешающая способность в 300 dpi означает способность распознать наличие 300 отдельных точек в одном дюйме или 90 000 ($300 \cdot 300$) точек на площади в 1 квадратный дюйм (примерно $6,35 \text{ см}^2$), а значит все объекты, чьи линейные размеры будут равны или менее 84 мкм ($25,2 \text{ мм} / 300 = 0,084 \text{ мм} = 84 \text{ мкм}$) будут сливаться в одну сплошную точку.

Решение о минимально необходимом разрешении матрицы следуют принимать исходя из размеров частиц муки. В пшеничной муке примерно 36

% частиц имеют размер 17 – 28 мкм, еще 43 % частиц характеризуются размером более 35 мкм, только около 4 % имеют размер менее 14 мкм (проходовая фракция сита №004). Содержание частиц менее 4 мкм исчезающе мало (менее 1 %). Отсюда следует, что измерение и описание форм частиц менее 4 мкм статистически мало сказывается на результатах гранулометрического анализа муки, поэтому учетом размеров и характеристиками форм таких частиц можно пренебречь. Легко увидеть, что для анализа частиц более 4 мкм необходимая детализация изображения достигается при разрешении снимающей матрицы более $25,2 / 4 = 6300 \text{ dpi}$ ($6 \cdot 10^6 \text{ пк/см}^2$). При таком разрешении матрицы частицы размером 4 мкм при визуальном осмотре превращаются в бесформенные точки. Частицы размером в 14 мкм, обладая более чем в 10 раз большей площадью ($14^2/4^2 = 12,25$), приобретают видимую форму и могут быть описаны в терминах гранулометрического анализа.

Современные CIS (Contact Image Sensor) матрицы позволяют делать микроснимки с четкостью до 19200 dpi ($5,7 \cdot 10^7 \text{ пк/см}^2$), то есть обеспечивают 3-х кратный запас (в точку сливаются все частицы размером менее 1,3 мкм), позволяя тем самым их использовать в гранулометрическом анализе размола зерна пшеницы. Экспериментально установлено, что пороговым значением данной характеристики является разрешение 7000 - 8000 dpi, поскольку дальнейшее увеличение разрешения не влияет на качество детектирования частиц более чем на 0,1 %.

В ходе корреляционно-регрессионного анализа выявили взаимосвязи между основными параметрами зернового анализа, физико-химическими свойствами зернопродуктов и данными фрактографического анализа размола зерна. Фрактографический анализ размола зерна проводили для разных типов пшеницы по ее хлебопекарным свойствам: сильной, средней и слабой. Обнаружены связи количества и качества сырой клейковины с данными фрактографического анализа (таблица 1.8).

Для установления минимально необходимого для анализа количества измеренных отрезков, проводимых из центра тяжести частиц, производили оценку точности определения количества и качества клейковины.

Определение проводили по стандартизированной методике и на основе фрактографического анализа, варьируя число отрезков: в первом случае проводили 100 отрезков, во втором – 300 отрезков и в третьем – 1000 отрезков к контуру частицы во все стороны. Для обеспечения статистической достоверности результатов анализу подвергали не менее 5000 частиц муки каждого образца. Исходя из полученных среднестатистических значений X и K , с помощью описанных в способе уравнений находили количество M_K и качество клейковины L_K образцов муки.

Таблица 1.8 – Связь данных фрактографического анализа с показателями качества зерна (X и K – геометрические характеристики частиц размола, подробности в тексте)

Показатель	Тип пшеницы по целевому применению	Уравнение регрессии	Коэффициент корреляции	Коэффициент детерминации	Критерий Фишера	
					табл	расч
Количество клейковины M_K , %	Сильная	$M_K = 0,24 \cdot \hat{E} - 0,30 \cdot \tilde{O} + 41,86$	0,94	0,89	3,2	68,5
	Средняя	$M_K = 0,23 \cdot \hat{E} - 0,31 \cdot \tilde{O} + 40,52$	0,93	0,88	3,2	67,2
	Слабая	$M_K = 0,23 \cdot \hat{E} - 0,33 \cdot \tilde{O} + 45,61$	0,91	0,83	3,2	65,2
Качество клейковины L_K , ед. ИДК	Сильная	$L_K = 1,14 \cdot \hat{E} - 1,51 \cdot \tilde{O} + 139,06$	0,91	0,83	3,2	72,4
	Средняя	$L_K = 1,13 \cdot \hat{E} - 1,50 \cdot \tilde{O} + 138,55$	0,91	0,83	3,2	71,5
	Слабая	$L_K = 1,14 \cdot \hat{E} - 1,52 \cdot \tilde{O} + 139,42$	0,89	0,81	3,2	68,2

Сравнивали результаты определений технологических качеств зерна пшеницы каждого из трех случаев предлагаемого способа и результаты определений по стандартизированной методике. Данные о корреляции

результатов оценок количества и качества клейковины зерна пшеницы, полученных по стандартизированной методике в сравнении с предлагаемым способом представлены в таблице 1.9.

Результаты проведенных оценок показали, что наименьшее число отрезков, обеспечивающее максимально возможную точность (согласно коэффициентам корреляции) - не менее 300. Дальнейшее увеличение числа отрезков не приводило к повышению точности определения.

Таблица 1.9 – Определение минимально необходимого для анализа количества измеренных отрезков

Показатель качества зерна пшеницы	Тип пшеницы по целевому применению	Коэффициент корреляции результатов, полученных по стандартизированной методике и на основе фрактографического анализа		
		в первом случае (100 отрезков)	во втором случае (300 отрезков)	в третьем случае (1000 отрезков)
Количество клейковины	Сильная	0,88	0,90	0,90
	Средняя	0,90	0,92	0,90
	Слабая	0,85	0,88	0,89
Качество клейковины	Сильная	0,83	0,85	0,85
	Средняя	0,80	0,81	0,82
	Слабая	0,81	0,83	0,83

Для установления минимально необходимого для анализа количества задействованных частиц размол зерна производили оценку точности определения количества и качества клейковины по стандартизированной ГОСТ методике и на основе фрактографического анализа.

Анализу подвергали в первом случае - 500, во втором – 5000, в третьем 50000 частиц размол зерна. Исходя из полученных среднестатистических

значений X и K , с помощью описанных в способе уравнений находили количество M_K и качество клейковины L_K образцов муки.

Сравнивали результаты определений количества и качества клейковины зерна пшеницы каждого из трех случаев фрактографического анализа и результаты определений по стандартизированной методике. Данные о корреляции результатов представлены в таблице 1.10.

Таблица 1.10 – Определение минимально необходимого для анализа количества задействованных частиц размола зерна

Показатель качества зерна пшеницы	Тип пшеницы по целевому применению	Коэффициент корреляции результатов, полученных по стандартизированной методике и предлагаемым способом		
		в первом случае (500 частиц)	во втором случае (5000 частиц)	в третьем случае (50000 частиц)
Количество клейковины	Сильная	0,87	0,90	0,90
	Средняя	0,88	0,92	0,92
	Слабая	0,87	0,88	0,88
Качество клейковины	Сильная	0,81	0,85	0,85
	Средняя	0,81	0,81	0,81
	Слабая	0,82	0,83	0,83

Результаты проведенных оценок показали, что наименьшее число частиц муки, обеспечивающее максимально возможную точность (согласно коэффициентам корреляции) - не менее 5000. Дальнейшее увеличение числа измеряемых частиц не приводило к повышению точности определения.

Таким образом, необходимую точность оценки количества и качества клейковины зерна позволяют получить измерение не менее 300 отрезков, проводимых из центра тяжести частиц, а также использование информации о не менее 5000 частиц размола зерна.

В анализируемых образцах зерна пшеницы определяли такие показатели качества как: количество и качество сырой клейковины, число падения, влажность, зольность, кислотность, содержание белка, каротиноидов, способность к потемнению и др.

Для сравнительного анализа определяли корреляционные зависимости технологических качеств зерна с различными показателями гранулометрического анализа (таблица 1.11).

Построены регрессионные уравнения связи показателей технологических качеств с гранулометрическими характеристиками размола зерна. Ранжирование показателей производилось по коэффициенту детерминации, свидетельствующему о степени их взаимосвязи с параметрами частиц размола. Наиболее значимые связи показателей качества зерна обнаружились с эквивалентным размером частиц и коэффициентом их неровности. Наибольшие значения у показателей ВПС, количества и качества сырой клейковины (0,92; 0,89; 0,83 соответственно).

Таблица 1.11 – Корреляционные зависимости показателей технологических свойств зерна пшеницы от данных фрактографического анализа

Показатели	Водопоглотительная способность	Количество клейковины	Качество клейковины	Число падения	Влажность	Зольность
Средняя площадь частиц S	0,822	0,791	0,755	0,647	0,325	0,251
Средний эквивалентный размер частиц X	0,891	0,829	0,792	0,655	0,342	0,297
Средний коэффициент вытянутости частиц V	0,622	0,596	0,425	0,647	0,257	0,243
Средняя компактность частиц M	0,794	0,815	0,782	0,597	0,145	0,247
Средний коэффициент неровности частиц K	0,850	0,823	0,791	0,671	0,254	0,201

Проведенные исследования позволили вывести эмпирические зависимости данных фрактографического анализа и основных показателей варочных свойств макаронных изделий (таблица 1.12).

Для определения достоверности данных фрактографического анализа и его прогностической способности пользовались референтными методами - анализировали образцы изделий по стандартизированным методикам.

Точность и воспроизводимость определения исследуемых показателей качества оценивались на основе относительной погрешности измерений в сравнении с данными референтных способов (при уровне значимости 0,05).

Таблица 1.12 – Взаимосвязь данных фрактографического анализа с показателями качества макаронных изделий

Показатель	Тип замеса теста	Уравнение регрессии	Коэффициент корреляции	Коэффициент детерминации	Критерий Фишера	
					табл	расч
Коэффициент увеличения массы М	горячий	$M = -0,012 \cdot X + 0,009 \cdot K + 2,305$	0,89	0,79	3,2	45,2
	теплый	$M = -0,012 \cdot X + 0,009 \cdot K + 2,305$	0,89	0,79	3,2	48,2
	холодный	$M = -0,012 \cdot X + 0,009 \cdot K + 2,305$	0,88	0,77	3,2	58,2
Сухие вещества, перешедшие в воду СВ, %	горячий	$CB = -0,067 \cdot X + 0,053 \cdot K + 9,301$	0,82	0,67	3,2	47,4
	теплый	$CB = -0,067 \cdot X + 0,053 \cdot K + 9,301$	0,80	0,64	3,2	54,5
	холодный	$CB = -0,067 \cdot X + 0,053 \cdot K + 9,301$	0,80	0,64	3,2	32,2
Время варки до готовности Т, мин	горячий	$T = -0,135 \cdot X + 0,106 \cdot K + 12,003$	0,32	0,10	3,2	30,4
	теплый	$T = -0,138 \cdot X + 0,124 \cdot K + 11,478$	0,32	0,10	3,2	30,2
	холодный	$T = -0,187 \cdot X + 0,147 \cdot K + 10,148$	0,32	0,10	3,2	28,7
Прочность сухих изделий на срез Р, Н	горячий	$P = -0,061 \cdot X + 0,047 \cdot K + 9,128$	0,71	0,50	3,2	32,4
	теплый	$P = -0,052 \cdot X + 0,057 \cdot K + 10,247$	0,70	0,49	3,2	31,4
	холодный	$P = -0,060 \cdot X + 0,058 \cdot K + 10,487$	0,70	0,49	3,2	34,7

Погрешность составила для: коэффициента увеличения массы изделий – не более 3 %; количества сухих веществ, перешедшие в воду – не более 5 %; времени варки до готовности – не более 20 %; прочности сухих изделий на срез – не более 10 %. Невысокие значения погрешностей свидетельствуют о возможности использования данного метода для прогнозирования варочных свойств макаронных изделий.

Результаты наблюдений свидетельствуют о возможности, анализируя данные формы и размера частиц помола зерна, судить о технологических достоинствах зерна пшеницы. Проведенное комплексное исследование оценки технологических свойств зерна пшеницы, влияющих на качество макаронной продукции, производимой из него. Обнаруженные связи между показателями качества дают возможность проследить их влияние на качество готовой продукции на всех этапах переработки зерна. Внедрение новых способов контроля и прогнозирования макаронных свойств помола зерна позволяют повысить качество и эффективность использования сырьевых ресурсов для производства макаронных изделий.

2 Методы обработки результатов экспериментальных исследований

2.1 Определение доверительного интервала оценки среднеквадратичного отклонения

При проведении исследований выполняют не менее двух параллельных повторностей опыта. Увеличение их количества снижает погрешность результатов, увеличивая их точность. Результаты анализов вычисляют как среднеарифметическое значение отдельных определений $\bar{y}$ по формуле

$$\bar{y} = \frac{y_1 + y_2 + \dots + y_m}{m} = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m y_k, \quad (2.1)$$

где $y_1, y_2 \dots y_m$ – отдельные определения.

Рассеяние результатов измерения относительно среднего значения характеризуется дисперсией. Дисперсия – количественная характеристика разброса результатов измерения вокруг истинного значения. Дисперсия единичного результатов измерения $S^2(y_k)$ определяется по формуле

$$S^2(y_k) = \frac{\sum_{k=1}^m (y_k - \bar{y})^2}{m-1}, \quad (2.2)$$

Стандартное отклонение или среднеквадратичная ошибка отдельного определения $S(y_k)$ определяется по формуле

$$S(y_k) = \sqrt{S^2(y_k)} = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^m (y_k - \bar{y})^2}{m-1}}, \quad (2.3)$$

Относительная квадратичная ошибка, выраженная в процентах от среднего квадратичного отклонения, называется коэффициентом вариации, характеризует воспроизводимость результатов. Коэффициент вариации ω определяется по формуле

$$\omega = \frac{S(y_k) \cdot 100}{\bar{y}} \quad (2.4)$$

Доверительный интервал оценки среднеквадратичного отклонения зависит от числа степеней свободы (f) и табличных коэффициентов (Z) и выражается следующим условием:

$$S^2(y_k)Z_1^2 < \sigma^2 < S^2(y_k)Z_2^2, \quad (2.5)$$

где σ - истинное значение среднего квадратичного отклонения;
 Z_1^2 и Z_2^2 - табличные коэффициенты (приложение А) в зависимости от вида уровня значимости (q) и числа степеней свободы (f).

Число степеней свободы (f) – разность между числом независимых результатов в m повторностях и числом уравнений, в которых эти результаты используются для расчета неизвестных оценок. Число степеней свободы показывает, на сколько повторностей сделано больше от минимального необходимого для расчета, таким образом, число степеней свободы равно

$$f=m-1 \quad (2.6)$$

Степень надежности или доверительную вероятность (P) для большинства расчетов принимают равной 0,95 или более точную равную 0,99 - это означает, что с вероятностью 0,95 или 0,99 (соответственно 95 и 99 %) истинное значение результата лежит в пределах погрешности результатов анализа.

Уровень значимости (q) определяется следующей зависимостью

$$q=1-P \quad (2.7)$$

Для рассматриваемых случаев $q=0,05$ или $q=0,01$, то есть 5 % или 1 % значений соответственно не попадает в доверительный интервал.

2.2 Определение грубых ошибок («промахов»)

Среди повторностей опыта могут быть результаты, значительно отличающиеся от других результатов этой же серии. Это может быть связано с грубой ошибкой при проведении данной повторности опыта (измерения), либо с неизбежным влиянием случайных величин, что и определяет результат измерения как величину случайную.

Наиболее быстрым методом определения грубой ошибки («промаха») является метод, основанный на оценке максимальных различий полученных результатов. Анализ по этому методу проводится в следующей последовательности:

1) расположить результаты Y_k в упорядоченный ряд в котором минимальному результату присваивается номер первый (y_1), а максимальному – наибольший (y_m);

2) если «подозреваемый» результат будет Y_m , то рассчитывается отношение

$$\alpha = \frac{y_m - y_{(m-1)}}{y_m - y_1}, \quad (2.8)$$

если «подозреваемый» результат будет Y_1 , тогда рассчитывается отношение

$$\alpha = \frac{y_2 - y_1}{y_m - y_1} \quad (2.9)$$

3) при заданном уровне значимости (q) и известном числе повторностей (m) по приложению Б находят табличное значение α_t ;

4) если $\alpha > \alpha_t$, то «подозреваемый» результат является промахом и его следует исключить.

2.3 Определение доверительного интервала оценки измеряемой величины

После того как остались достоверные результаты можно рассчитать доверительную ошибку ε и доверительный интервал для единичной y_k или средней $\bar{y}$ оценки изменения величины. Истинное значение измеряемой величины с заданной доверительной вероятностью должно лежать в пределах доверительного интервала:

$$y_k - \varepsilon(y_k) < y < y_k + \varepsilon(y_k); \quad (2.10)$$

$$\bar{y} - \varepsilon(\bar{y}) < y < \bar{y} + \varepsilon(\bar{y}). \quad (2.11)$$

Для определения доверительного интервала единичного y_k и среднего $\bar{y}$ результатов используется критерий Стьюдента $t(P;f)$:

$$\varepsilon(y_k) = t(P;f) \cdot S(y_k); \quad (2.12)$$

$$\varepsilon(\bar{y}) = t(P;f) \cdot S(\bar{y}). \quad (2.13)$$

При этом дисперсия среднего результата $S(\bar{y})$ в m раз меньше дисперсии единичного результата $S(y_k)$ и определяется по формуле

$$S^2(\bar{y}) = \frac{S^2(y_k)}{m} \quad (2.14)$$

Критерий Стьюдента $t(P; f)$ зависит от принятого уровня значимости и числа степеней свободы и берется из приложения В.

2.4 Анализ однородности средних

В исследовательской практике может возникнуть необходимость сравнения эффективности технологических процессов, различающихся какими-то условиями (температура, кислотность среды и т.д.), либо аппаратным оформлением процесса.

Для обеспечения возможности такого сравнения проводят две серии опытов при оптимальных для каждого из испытываемых технологических процессов условиях и по полученным результатам рассчитывают средние выходы $\bar{y}_I$ и $\bar{y}_{II}$ по формулам:

$$\bar{y}_I = \frac{1}{m_I} \sum_{k=1}^{m_I} y_{kI} ; \quad (2.15)$$

$$\bar{y}_{II} = \frac{1}{m_{II}} \sum_{k=1}^{m_{II}} y_{kII} , \quad (2.16)$$

где m_I и m_{II} – число повторностей в каждой из двух серий опытов.

Эти средние выходы отличаются друг от друга на величину $\Delta\bar{y}$:

$$\Delta \bar{y} = | \bar{y}_I - \bar{y}_{II} | \quad (2.17)$$

Если эта разность будет больше доверительной ошибки разности средних,

$$| \Delta \bar{y} | > \varepsilon \quad | \bar{y}_I - \bar{y}_{II} | = t(P; f) \cdot S(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}),$$

то с вероятностью P можно говорить о большей эффективности одного из процессов.

$$S(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = \sqrt{S^2(\bar{y}_I - \bar{y}_{II})} \quad , \quad (2.18)$$

$$S^2(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = S^2(\bar{y}_I) + S^2(\bar{y}_{II}) = \frac{S^2(y_{kI})}{m_I} + \frac{S^2(y_{kII})}{m_{II}} \quad (2.19)$$

Дисперсии $S^2(y_{kI})$ и $S^2(y_{kII})$ должны быть однородны, только при этих условиях можно, сравнивая лишь средние $\bar{y}_I$ и $\bar{y}_{II}$, говорить о большей эффективности того или иного процесса. Определение «однородные» в данном случае означает «являющиеся оценкой одного и того же параметра».

Однородность дисперсий можно проверить по критерию Фишера F_T . Для этого из имеющихся оценок дисперсии выбирают две: максимальную $[S^2(y_{uk})_{\max}]$ и минимальную $[S^2(y_{uk})_{\min}]$ и вычисляют их отношение F . Если вычисленное значение F меньше F_T

$$F = \left[\frac{S^2(y_{uk})_{\max}}{S^2(y_{uk})_{\min}} \right] < F_T(P; f_1; f_2), \quad (2.20)$$

то все оценки дисперсий будут однородны.

Значения критерия Фишера F_T дано в приложении Г в зависимости от принятого уровня значимости q и числа степеней свободы f_1 и f_2 соответственно при расчете дисперсий $[S^2(y_{uk})_{\max}]$ и $[S^2(y_{uk})_{\min}]$.

По однородным оценкам дисперсий $S^2(y_{kI})$ и $S^2(y_{kII})$ рассчитывают средневзвешенную оценку дисперсии $S^2(y_k)$

$$S^2(y_k) = \frac{\sum_{u=1}^N S^2(y_{ku}) \cdot f_u}{\sum_{u=1}^N f_u} = \frac{S^2(y_{kI}) \cdot (m_I - 1) + S^2(y_{kII}) \cdot (m_{II} - 1)}{(m_I - 1) + (m_{II} - 1)}. \quad (2.21)$$

Эта оценка $S^2(y_k)$ является более точной, чем оценки $S^2(y_{kI})$ и $S^2(y_{kII})$, так как число степеней свободы f для этой оценки равно

$$f = f_1 + f_2 = m_1 + m_2 - 2.$$

Переписав соотношение (4.5), заменив $S^2(y_{kI})$ и $S^2(y_{kII})$ на оценку $S^2(y_k)$ получим

$$S^2(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = S^2(y_k) \cdot \left(\frac{1}{m_I} + \frac{1}{m_{II}} \right) = S^2(y_k) \frac{m_I + m_{II}}{m_I \cdot m_{II}}, \quad (2.22)$$

тогда

$$\varepsilon(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = t(P; f) \cdot S(y_k) \sqrt{\frac{m_I + m_{II}}{m_I \cdot m_{II}}}. \quad (2.23)$$

Если $|\bar{y}_I - \bar{y}_{II}| > \varepsilon$, то средние неоднородны.

Процедура анализа однородности средних может сводиться к определению опытного значения критерия Стьюдента $t_{оп}$ по формуле

$$t_{\text{оп}} = \frac{|\bar{y}_I - \bar{y}_{II}|}{S(y_k)} \sqrt{\frac{m_I \cdot m_{II}}{m_I + m_{II}}} \quad (2.24)$$

и сравнению его с табличным значением (по приложению В).

Если $t_{\text{оп}} > t(P; f)$, то средние неоднородны.

2.5 Определение необходимого числа повторностей опыта

Для получения оценки истинного значения, измеряемого параметра с заданным доверительным интервалом

$$\bar{y} - \varepsilon(\bar{y}) < y < \bar{y} + \varepsilon(\bar{y}) \quad (2.25)$$

необходимо проводить опыт с определенным числом повторностей.

Обычно бывает достаточным принять $\varepsilon(\bar{y}) = (0,05 \dots 0,1)\bar{y}$ и доверительную вероятность $P = 0,95$, реже $P = 0,99$.

Для решения данной задачи можно воспользоваться различными методами в зависимости от того, имеет ли исследователь в своем распоряжении истинное значение среднеквадратичного отклонения σ , его экспериментальную оценку $S^2(y_k)$ или эту оценку еще предстоит получить, проведя соответствующие эксперименты.

Вариант решения I

Если в распоряжении исследователя имеется истинное значение среднеквадратичного отклонения σ , то

$$\varepsilon(\bar{y}) = t(P) \frac{\sigma}{\sqrt{m}}, \quad (2.26)$$

где $t(P)$ – параметр, определяемый из таблицы (приложение Д) в зависимости от принятой доверительной вероятности P и функции ошибок $\Phi(t)$.

Функция ошибок связана с доверительной вероятностью следующим образом

$$P=2\Phi(t)-1 \quad (2.27)$$

Тогда число повторностей определяется по формуле:

$$m = \frac{t^2(P) \cdot \sigma^2}{\varepsilon^2(\bar{y})} \quad (2.28)$$

Примечание - Определение числа необходимых повторностей по варианту I можно осуществлять в следующей последовательности:

- 1) определяется величина доверительной ошибки ($\varepsilon(\bar{y})=0,05\bar{y}$);
- 2) рассчитывается $\Phi(t)$ по формуле (2.27);
- 3) по приложению Г находится $t(P)$;
- 4) по формуле (2.28) определяется число необходимых повторностей.

Вариант решения II

Если исследователь может изменять число повторностей, то при определении необходимого числа повторностей для получения заданной доверительной вероятности (P) ошибки среднего результата $\varepsilon(\bar{y})$, расчеты ведут следующим образом:

1) для выбранного числа повторностей m_1 рассчитывают экспериментально оценку среднеквадратичного отклонения $S^2(\bar{y}_1)$ по формулам (1.2) и (3.5);

2) рассчитывают критерий Стьюдента $t(P_1; f_1)$ для заданной доверительной ошибки $\varepsilon(\bar{y}_1)$ по формуле

$$t(P; f_1) = \frac{\varepsilon(\bar{y})}{S(\bar{y})} \quad (2.29)$$

3) зная $f_1 = m_1 - 1$ и критерий Стьюдента $t(P; f_1)$ по графику (рисунок 2.1) определяют доверительную вероятность P_1 ;

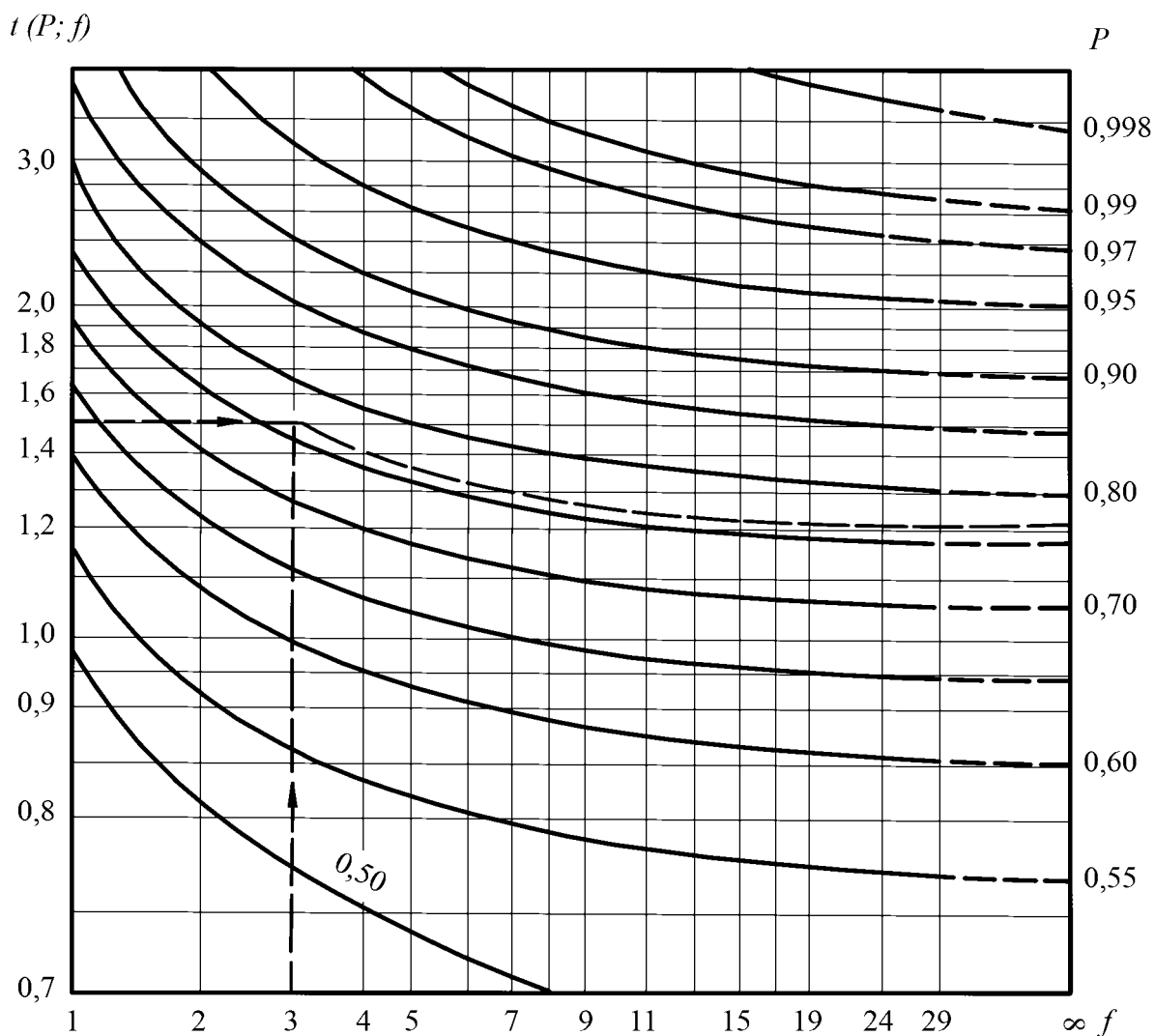


Рисунок 2.1 – Зависимость критерия Стьюдента $t(P; f)$ от доверительной вероятности P и числа степеней свободы f

4) если P_1 меньше той, которая требуется, то число повторностей увеличивают и снова производят соответствующие подсчеты. Увеличение числа повторностей прекращают, как только будет достигнута заданная величина P .

Примечание - Для удобства расчеты можно представить в виде таблицы 5.1

Таблица 5.1 – Результаты расчетов

Этап расчета и	k	$\bar{y}_u$	$S^2(y_k)$	$S^2(\bar{y}_u)$	$S(\bar{y}_u)$	$\varepsilon(\bar{y}_u)$	$t(P_u; f_u)$	P_u
1	1		-	-	-	-	-	-
	2		-	-	-	-	-	-
	3							
2	4							
3	...							
...	...							

Вариант решения III

Если в распоряжении исследователя имеется ограниченное число повторностей, то необходимое число повторностей для получения заданной доверительной ошибки среднего результата $\varepsilon(\bar{y})$ при P_0 приближенно можно определить следующим образом:

- 1) по полученным результатам, число которых m_0 рассчитывают $S^2(y_k)$ по формуле (1.2);
- 2) по графику (рисунок 5.1) находят критерий Стьюдента $t(P_0; f_0)$;
- 3) для заданной доверительной ошибки определяют примерное число повторностей (завышенное) по формуле

$$m = \frac{t^2(P_0; f_0) S^2(y_{k_0})}{\varepsilon^2(y)} \quad (2.30)$$

4) для уточнения числа повторностей рассчитывают $f=m-1$, по графику (рисунок 2.1) находят $t(P_0;f)$ и рассчитывают уточненное число повторностей m_1 по формуле

$$m = \frac{t^2(P_0; f) S^2(y_{k0})}{\varepsilon^2(y)} . \quad (2.31)$$

2.6 Ранжирование факторов по степени их влияния на исследуемый процесс

Любой технологический процесс зависит от большого числа факторов. Естественно желание исследователя сосредоточить свое внимание на самых активных факторах, которые в основном и определяют эффективность исследуемого процесса. Эту задачу можно решить, обрабатывая полученные результаты методом дисперсионного анализа.

Если в распоряжении исследователя находятся результаты эксперимента, состоящего из опытов, в которых одновременно менялись значения нескольких факторов, то схема дисперсионного анализа с целью выявления степени активности каждого фактора будет состоять из нескольких этапов:

1) для каждого u -того опыта рассчитывают среднее значение выхода $\bar{y}_u$

$$\bar{y}_u = \frac{\sum_{k=1}^{m_u} y_{uk}}{m_u} , \quad (2.32)$$

2) рассчитывают средневзвешенное значение выхода в опытах с неизменным j -м значением (уровнем) какого-либо i -го фактора $\bar{y}_{ij}$

$$\bar{y}_{ij} = \frac{\sum_{u=1}^{N_{ij}} \bar{y}_{u(ij)} \cdot m_u}{\sum_{u=1}^{N_{ij}} m_u}, \quad (2.33)$$

где $j=1 \dots l$ (l - число уровней фактора);

N_{ij} - число опытов, в которых i -й фактор находился на j -м уровне;

$\bar{y}_{u(ij)}$ – средние результаты этих опытов.

3) рассчитывают средневзвешенное значение выхода процесса во всех опытах эксперимента

$$\bar{y} = \frac{\sum_{u=1}^N \bar{y}_u \cdot m_u}{\sum_{u=1}^N m_u}, \quad (2.34)$$

4) рассчитывают средневзвешенное значение дисперсии единичного результата

$$S^2(y_k) = \frac{\sum_{u=1}^N S^2(y_{uk}) \cdot f_u}{\sum_{u=1}^N f_u}, \quad (2.35)$$

$$\text{где } S^2(y_{uk}) = \frac{\sum_{k=1}^{m_u} (y_{uk} - \bar{y}_u)^2}{m_u - 1}; \quad (2.36)$$

$$f_u = m_u - 1, \quad (2.37)$$

5) рассчитывают оценку дисперсии, обусловленной влиянием i -го фактора на единичны результат процесса

$$S^2(y_{ik}) = \frac{\sum_{j=1}^l (\bar{y}_{ij} - \bar{y})^2 \cdot N_{ij}}{\sum_{j=1}^l N_{ij} - 1}, \quad (2.38)$$

где $\sum_{j=1}^l N_{ij} = N$ - общее число опытов эксперимента.

Число степеней свободы этой оценки

$$f = \sum_{j=1}^l N_{ij} - 1 = N - 1, \quad (2.39)$$

6) рассчитывают F-отношение для i-го фактора

$$F = \frac{S^2(y_{ik})}{S^2(y_k)}. \quad (2.40)$$

7) Находят $F_{Ti}(P; f_{1i}; f_{2i})$ по приложению Г. Так как число повторностей в общем случае не будет постоянным для всех опытов эксперимента, то значение критерия Фишера для каждого фактора будет различным.

Если $F_i > F_{Ti}$, то данный фактор значимого влияния на процесс не оказывает. То же самое можно сказать, если $F_i < 1$;

8) учитывая степень различия F_i и F_{Ti} , располагают данные факторы в ранжированный ряд по их способности влиять на исследуемый процесс.

Список использованных источников

1. Лабораторный практикум по общей технологии пищевых производств: учеб. для вузов / под ред. Л. П. Ковальской. - М.: Агропромиздат, 1991. - 335 с.: ил. - (Учебники и учебные пособия для вузов)
2. Лурье, И. С. Технохимический и микробиологический контроль в кондитерском производстве: справочник / И. С. Лурье, Л. Е. Скокан, А. П. Цитович. - М. : КолосС, 2003. - 416 с. : ил. - ISBN 5-9532-0034-X.
3. Касперович, В. Л. Определение качества пищевых продуктов методом экспертных оценок: метод. указания для лаб. работ УИРС, НИРС, для студентов спец. 27.01, 27.03, 17.06, 27.05 / В. Л. Касперович, В. П. Попов, Г. Б. Зинюхин. - Оренбург: ОГУ, 1996. - 38 с.
4. Журавская, Н. К. Технохимический контроль производства мяса и мясопродуктов: учебник для сред. спец. заведений / Н. К. Журавская, Б. Е. Гутник, Н. А. Журавская. - М. : Колос, 2001. - 176 с. : ил.. - (Учебники и учеб. пособия для студентов техникумов) - ISBN 5-10-003149-2.
5. Лурье, И. С. Технохимический контроль сырья в кондитерском производстве: справочник / И. С. Лурье, А. И. Шаров. - М. : Колос, 2001. - 352 с. : ил. - ISBN 5-10-003607-9.
6. Карушева, Н. В. Технохимический контроль кондитерского производства / Н. В. Карушева, И. С. Лурье. - М.: Агропромиздат, 1990. - 160 с.: ил.
7. Трегубов, Н. Н. Технохимический контроль крахмало-паточного производства / Н. Н. Трегубов, В. Г. Костенко.- 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Агропромиздат, 1991. - 271 с. : ил. - (Учебники и учебные пособия для студентов вузов)
8. Лебедева, Н. Н. Технохимический контроль на предприятиях отрасли (кондитерское производство): метод. указания / Н. Н. Лебедева, Г. А. Сидоренко; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т", Каф.

технологии пищевых пр-в. - Электрон. текстовые дан. (1 файл: 940,97 КБ). - Оренбург : ОГУ, 2012. -Adobe Acrobat Reader 5.0

9. , Сидоренко Г. А. Методы оценки свойств сырья и продуктов питания / Г.А. Сидоренко, А.В. Берестова, Г.Б. Зинюхин. – Оренбург: ОГУ, 2013. – 42 с.

11. Грачев, Ю.П. Математические методы планирования экспериментов / Ю.П. Грачев. – М.: Пищевая промышленность, 1979. – 200 с.

12. Гаибова, Т. В. Статистические методы системного анализа: метод. указания к лаб. практикуму / Т. В. Гаибова, Н. А. Шумилина; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. агентство по образованию, Гос. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т", Каф. систем. анализа и упр. – Оренбург: ГОУ ОГУ, 2005. – 18 с. Режим доступа: http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/609_20110708.pdf

13. Симчера, В. М. Методы многомерного анализа статистических данных / В. М. Симчера. – М.: Финансы и статистика, 2008. – 398 с. Режим доступа: http://biblioclub.ru/index.php?page=book_view&book_id=59559

14. Костин, В. Н. Статистические методы и модели: учеб. пособие для вузов / В. Н. Костин, Н. А. Тишина; М-во образования Рос. Федерации, Гос. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т". - Оренбург : ГОУ ОГУ, 2004. - 138 с. - Библиогр.: с. 125. Режим доступа: http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/516_20110701.pdf

Приложение А

(обязательное)

Значения коэффициентов Z_1^2 и Z_2^2

Таблица А.1 - Значения коэффициентов Z_1^2 и Z_2^2

Число степеней свободы (f)	Уровень значимости α			
	0,05		0,01	
	Z_1^2	Z_2^2	Z_1^2	Z_2^2
1	2	3	4	5
1	0,199	1018	0,127	25464
2	0,271	39,5	0,189	199
3	0,321	13,9	0,234	41,8
4	0,359	8,26	0,269	19,3
5	0,390	6,02	0,299	12,1
6	0,415	4,85	0,324	8,88
7	0,437	4,14	0,345	7,08
8	0,456	3,67	0,364	5,95
9	0,473	3,33	0,382	5,19
10	0,488	3,08	0,397	4,64
11	0,502	2,88	0,411	4,23
12	0,514	2,72	0,424	3,90
13	0,526	2,60	0,436	3,65
14	0,536	2,49	0,447	3,44
15	0,546	2,40	0,457	3,26
16	0,555	2,32	0,467	3,11
17	0,563	2,25	0,476	2,98
18	0,571	2,19	0,484	2,87
19	0,578	2,13	0,492	2,78
20	0,585	2,08	0,500	2,69
25	0,615	1,91	0,533	2,38
30	0,639	1,79	0,559	2,18
35	0,658	1,70	0,581	2,04
40	0,664	1,64	0,599	1,93
45	0,688	1,59	0,615	1,85
50	0,700	1,55	0,629	1,79
55	0,711	1,51	0,641	1,73
60	0,720	1,48	0,653	1,69
65	0,729	1,46	0,663	1,65
70	0,737	1,44	0,672	1,62
75	0,744	1,42	0,680	1,59
80	0,750	1,40	0,688	1,56
85	0,756	1,38	0,695	1,54
90	0,762	1,37	0,701	1,52

Приложение Б

(обязательное)

Значения критерия α_T для определения грубых ошибок

Таблица Б.1 - Значения критерия α_T

Число повторностей (m)	Уровень значимости q	
	0,05	0,01
3	0,941	0,988
4	0,765	0,889
5	0,642	0,780
6	0,560	0,698
7	0,507	0,637
8	0,468	0,590
9	0,437	0,555
10	0,412	0,527
11	0,392	0,502
12	0,376	0,482
15	0,338	0,438
20	0,300	0,391
24	0,281	0,367
30	0,260	0,341

Приложение В

(обязательное)

Значения критерия Стьюдента $t(P;f)$ при разных уровнях значимости

Таблица В.1 - Значения критерия Стьюдента $t(P;f)$

Число степеней свободы (f)	Уровень значимости q	
	0,05	0,01
1	12,17	63,66
2	4,30	9,93
3	3,18	5,84
4	2,78	4,60
5	2,57	4,03
6	2,45	3,71
7	2,37	3,5
8	2,31	3,36
9	2,26	3,25
10	2,23	3,17
11	2,20	3,11
12	2,18	3,06
13	2,16	3,01
14	2,15	2,98
30	2,04	2,75
40	2,02	2,70
60	2,00	2,66
120	1,98	2,62
∞	1,96	2,58

Приложение Г

(обязательное)

Значения критерия Фишера F_T для уровня значимости $q=0,05$

Таблица Г.1 - Значения критерия Фишера F_T для уровня значимости $q=0,05$

Число степеней свободы знаменателя f_2	Число степеней свободы числителя f_1								
	1	2	3	4	5	6	12	14	∞
1	161,4	199,5	215,7	224,6	230,2	234,0	243,9	249,0	254,3
2	18,5	19,0	19,2	19,3	19,3	19,3	19,4	19,5	19,5
3	10,1	9,6	9,3	9,1	9,0	8,9	8,7	8,6	8,5
4	7,7	6,9	6,6	6,4	6,3	6,2	5,9	5,8	5,6
5	6,6	5,8	5,4	5,2	5,1	5,0	4,7	4,5	4,4
6	6,0	5,1	4,8	4,5	4,4	4,3	4,0	3,8	3,7
7	5,6	4,7	4,4	4,1	4,0	3,9	3,6	3,4	3,2
8	5,3	4,5	4,1	3,8	3,7	3,6	3,3	3,1	2,9
9	5,1	4,3	3,9	3,6	3,5	3,4	3,1	2,9	2,7
10	5,0	4,1	3,7	3,5	3,3	3,2	2,9	2,7	2,5
11	4,8	4,0	3,6	3,4	3,2	3,1	2,8	2,6	2,4
12	4,8	3,9	3,5	3,3	3,1	3,0	2,7	2,5	2,3
13	4,7	3,8	3,4	3,2	3,0	2,9	2,6	2,4	2,2
14	4,6	3,7	3,3	3,1	3,0	2,9	2,5	2,3	2,1
15	4,5	3,7	3,3	3,1	2,9	2,8	2,5	2,3	2,1
30	4,2	3,3	2,9	2,7	2,5	2,4	2,1	1,9	1,6
40	4,1	3,2	2,9	2,6	2,5	2,3	2,0	1,8	1,5
60	4,0	3,2	2,8	2,5	2,4	2,3	1,9	1,7	1,4
120	3,9	3,1	2,7	2,5	2,3	2,2	1,8	1,6	1,3

Приложение Д

(обязательное)

Значения параметра $t(P)$ при разных значениях функции ошибок $\Phi(t)$

Таблица Д.1 - Значения параметра $t(P)$ при разных значениях функции ошибок $\Phi(t)$

t_1	$\Phi(t_1)$	t_1	$\Phi(t_1)$	t_1	$\Phi(t_1)$	t_1	$\Phi(t_1)$	t_1	$\Phi(t_1)$
0,05	0,5199	0,75	0,7734	1,45	0,9265	2,15	0,9842	2,85	0,9978
0,10	0,5398	0,80	0,7881	1,50	0,9332	2,20	0,9861	2,90	0,9981
0,15	0,5596	0,85	0,8023	1,55	0,9394	2,25	0,9878	2,95	0,9984
0,20	0,5793	0,90	0,8159	1,60	0,9452	2,30	0,9893	3,00	0,9987
0,25	0,5987	0,95	0,8289	1,65	0,9505	2,35	0,9906	3,05	0,9989
0,30	0,6179	1,00	0,8413	1,70	0,9554	2,40	0,9918	3,10	0,9990
0,35	0,6368	1,05	0,8531	1,75	0,9599	2,45	0,9929	3,15	0,9992
0,40	0,6554	1,10	0,8643	1,80	0,9641	2,50	0,9938	3,20	0,9993
0,45	0,6736	1,15	0,8749	1,85	0,9678	2,55	0,9946	3,25	0,9994
0,50	0,6915	1,20	0,8849	1,90	0,9713	2,60	0,9953	3,30	0,9995
0,55	0,7088	1,25	0,8944	1,95	0,9744	2,65	0,9960	3,35	0,9996
0,60	0,7257	1,30	0,9032	2,00	0,9772	2,70	0,9965	3,40	0,9997
0,65	0,7422	1,35	0,9115	2,05	0,9798	2,75	0,9970	3,45	0,9997
0,70	0,7580	1,40	0,9192	2,10	0,9821	2,80	0,9974	3,50	0,9998

Учебное пособие

Галина Анатольевна Сидоренко

Виталий Анатольевич Федотов

Павел Викторович Медведев

НАУЧНО- ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ ПРАКТИКА

ISBN 978-5-7410-1667-1

