

**Міністерство освіти і науки України  
Дніпровський національний університет  
імені Олеся Гончара**

---

**Кафедра харчових технологій**

**МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ  
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ  
ІЗ ДИСЦИПЛІНИ  
«ТЕХНОЛОГІЧНА ЕКСПЕРТИЗА БЕЗПЕЧНОСТІ ХАРЧОВОЇ  
ПРОДУКЦІЇ»**

**Дніпро  
«Ліра»  
2022**

## ВСТУП

Харчова продукція у всі часи були однією з найважливіших складових життя людей, але сьогодні забезпечення якості та безпеки харчової сировини та продуктів харчування стає все більш важливою глобальною проблемою і метою, одним з головних чинників, що визначають здоров'я населення і збереження його генофонду.

Під безпекою продуктів харчування слід розуміти відсутність небезпеки для здоров'я людини при їх вживанні як з точки зору загального негативного впливу (харчові отруєння та харчові інфекції), так і з точки зору небезпеки наслідків отруєнь.

Зростання рівня забруднення навколишнього середовища, а також поява величезної кількості нових харчових добавок викликали необхідність створення міжнародного харчового законодавства, що посилює вимоги до безпеки продуктів харчування. Для забезпечення гарантованої безпеки продуктів харчування на переробних підприємствах промислово розвинених країн впроваджується система аналізу небезпек по критичних контрольних точках (Hazard Analysis i Critical Control Point – HACCP), яка передбачає систему контролю за якістю при виробництві харчових виробів за рівнем критеріїв ризику.

На сьогоднішній день гостро стоїть проблема ідентифікації товарів, виявлення і запобігання різних видів їх фальсифікацій. Вживання низькоякісних фальсифікованих продуктів також може привести до погіршення здоров'я населення. Тому гостро стоять проблеми, пов'язані з підвищенням відповідальності за ефективність і об'єктивність контролю якості продуктів, що гарантують їх безпеку для здоров'я споживача.

Проблема безпеки продуктів харчування – складна комплексна проблема, що вимагає численних зусиль для її вирішення, як з боку вчених – біохіміків, мікробіологів, так і з боку виробників, санітарно-епідеміологічних служб, державних органів і, нарешті, споживачів.

Тому оволодіння знаннями, вміннями та навичками в проведенні технологічної експертизи є визначальними для забезпечення встановлення відповідності існуючих технологій, системи безпечності харчової продукції для фахівця в сучасному конкурентному середовищі.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1

### Техніка безпеки в лабораторіях експертизи якості харчів. Органолептичні методи оцінювання харчових продуктів і умови їхнього проведення.

**Мета:** ознайомитися з технікою виконання лабораторних робіт і технікою безпеки, вивчити основні прийоми органолептичного та фізико-хімічного аналізу якості харчових продуктів

#### ПРАВИЛА БЕЗПЕКИ ПІД ЧАС РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ

1. На робочому місці не повинно бути сторонніх предметів.
2. Сухі реактиви слід брати за допомогою шпателя, розчини – піпеткою, для кожного реактиву необхідно мати окремий шпатель або піпетку.
3. Надлишок реактиву не виливати і не висипати в посуд, з якого вони були відібрані; поміщати в посуд для зливу або спускати із струмом води в каналізацію.
4. Дотримуватися обережності в роботі з розчинами кислот, лугів й інших їдких рідин.
5. У разі попадання кислоти на шкіру або слизові оболонки спочатку промити уражене місце великою кількістю води, а потім розчином соди (гідрокарбонату натрію).
6. У разі попадання лугу на шкіру або слизові оболонки спочатку промити уражене місце водою до тих пір, поки ділянка не перестане бути слизькою, а потім розчином оцтової кислоти.
7. Не користуватися невідомими реактивами (без написів і етикеток).
8. Нагріваючи рідини, тримати пробірку отвором від себе і осіб, що знаходяться поруч.
9. Всі леткі речовини потрібно нюхати надзвичайно обережно, не нахилитись над склянкою, не вдихати повними грудьми, а спрямовувати до себе пару або газ рухами руки.
10. Категорично забороняється нагрівати або охолоджувати будь-які розчини у герметично закритих ємностях. Забороняється закривати колби з гарячою рідиною.
11. Потрібно точно дотримуватись правил роботи з електроприладами, які використовують під час проведення роботи. Ці правила наведені в методичних вказівках та інструкціях з експлуатації відповідного обладнання.
12. Категорично забороняється залишати прилади, що працюють, без нагляду або доручати нагляд за ними сторонній особі.
13. При використанні лабораторного посуду, що легко руйнується, потрібно бути дуже обережним. Рештки зруйнованого лабораторного скляного посуду слід ретельно зібрати у спеціальний збірник. Сировина чи напівфабрикати, у які могли потрапити скляні уламки, потрібно викинути у спеціальний збірник.
14. Після закінчення роботи студент повинен вимити посуд, привести робоче місце у порядок і здати його лаборантові.

## Правила відбору середнього зразка

В торгівлі проводиться контроль товарів за кількістю і якістю. В залежності від обсягу контролювання партії товарів розрізняють контроль *суцільний та вибірковий*.

При *суцільному контролі* перевірки підлягають всі одиниці продукції (*Одиниця продукції* – це визначена в установленому порядку кількість нештучної або штучної продукції (маса нетто) продукції у бочці, ящику, пляшці, брикеті, склянці). Метод відрізняється високою трудомісткістю і надійністю, майже виключає продаж дефектних товарів.

*Вибірковий контроль* – контроль, під час якого рішення про якість контрольованої продукції приймається за результатами перевірки однієї чи декількох вибірок. Цей метод використовується для оцінювання якості відібраних проб більшості продовольчих товарів.

*Вибірка* – це регламентована стандартом кількість тарних одиниць продукції, що відібрана для контролю з товарної партії (*Тара* – основний елемент пакування, що є виробом для розміщення продукції).

*Об'єм вибірки* – число одиниць транспортної або споживчої тари з продукцією, яка складає вибірку. До вибірки не включають зруйновані тарні одиниці: зламані, із слідами пліснявіння та гниття.

Якщо партія товару надходить без упаковки – відбирають *точкові проби* – встановлену стандартом кількість продукції, яка відібрана з даного місця партії без відділення дефектних екземплярів. Серії точкових проб складають *об'єднану пробу*. Якщо об'єм або маса цієї проби дуже великі, то з неї виділяють *середню пробу (зразок)*. *Середнім* називається зразок товару, який дозволяє судити про властивості і переваги всієї партії товару, що приймається. Частину середньої проби, яка виділена для лабораторних аналізів, називають *лабораторним зразком*.

Порядок відбору зразків, проб та окремих товарних одиниць для випробувань або лабораторних досліджень проводиться згідно вимогам нормативно-технічних документів. Наприклад, при відборі середнього зразку консервів у випадку, якщо партія до 500 одиниць упаковки, відбирають 3% (але не менш 5 одиниць), більше 500 одиниць – 2%. Середню пробу від солоних, квашених та маринованих овочів відбирають з 5 % відкритих бочок.

Пробу відбирають з різних шарів у кількості: для огірків та томатів – до 1 кг продукту і 0,5 кг розсолу; для капусти – до 1 кг продукту із соком.

При відборі проб від рідини її ретельно перемішують або беруть виїмки з різних глибин.

Проби дрібнозернистих і сипучих продуктів відбирають спеціальними щупами; щупами відбирають також проби масла коров'ячого, сиру, морозива. Якщо при органолептичній оцінці встановлено, що якість досліджуваного зразку відповідає вимогам стандартів, то середній зразок повертається на місце, звідки він був узятий.

Для визначення фізико-хімічних та інших показників від середнього зразка відбирають *середню пробу* масою 200-500г ретельно її упаковують, опечатують або пломбують і направляють до лабораторії.

У акті відбору і на етикетці, якими супроводжують проби, вказують найменування підприємства, що виробило продукт, найменування, сорт і дату вироблення продукту, номер партії, від якої узята проба, дату відбору проби, посади і прізвища осіб, що відібрали пробу, показники, які повинні бути визначені в продукті, номер ДСТУ, ТУ на даний продукт, номер транспортного документу.

### **Основні прийоми органолептичного аналізу якості харчових продуктів**

Органолептичні дослідження якості за допомогою органів чуття (нюху, дотику, смаку, зору, слуху) дозволяють визначити зовнішній вигляд (форму, колір, стан поверхні, прозорість), смак, запах і консистенцію, звук, температуру продукту. Визначення цих показників вимагає необхідних навичок, знань і великого практичного досвіду, особливо щодо оцінки смаку і запаху.

За допомоги органів зору визначають стан тари та пакування, маркування, зовнішній вигляд продукту, його форму, колір, інтенсивність забарвлення, характер рисунку поверхні та розрізу, наявність сторонніх домішок, осаду, ступень прозорості та інші показники. Рекомендується розглядати продукти при розсіяному сонячному світлі за відсутності поблизу забарвлених предметів. Зразки повинні знаходитися від очей на відстані приблизно 25 см.

Для деяких продуктів визначення запаху має вирішальне значення. Щоб краще відчути запах, необхідно створити умови, які б сприяли випаровуванню летких речовин. Для цього продукт підігривають, занурив у теплу воду, або зігрівають диханням, або розтирають у теплій долоні. Людина швидко адаптується до запахів, тому зразки з більш сильним запахом досліджують останніми, а при великій їх кількості у дослідженні роблять перерви.

Смакові відчуття проявляються у результаті сприйняття речовин у розчинному стані, а також механічного, теплового подразнення ротової порожнини. Розрізняють чотири основних смакових відчуттів: солодкий, солоний, кислий, гіркий. Швидше людина відчуває солоний смак, потім солодкий, кислий, повільніше за усіх відчуваємо гіркий. Визначення смаку більшості харчових продуктів необхідно проводити при температурі від +20° до 40°С. Перед кожним визначенням смаку необхідно прополоскати рот теплою чистою водою або чаєм без цукру. Пробу доброякісного продукту ковтають, при появі байдужості до їжі її слід потримати у роті до визначення смаку і виплюнути. Тривалість перерви при дослідженні між пробами залежить від твердості, в'язкості, густини, гостроти та запаху зразків продуктів. Чим більше прояв цих властивостей тим більше тривалість. Якщо у процесі дослідження виявлено неприємний, сторонній присмак, пробу видаляють із рота, і рот старанно промивають теплою водою.

Консистенцію різних харчових продуктів визначають дотиком, натисканням, за допомогою зору (в'язкість рідин – переливанням; сипучість цукру, борошно та ін.), розжовуванням (ковбаси та ін.), розрізанням лезом ножа (вершкове масло, маргарин). Консистенція може бути пластичною, пружною, еластичною, ламкою, твердою, розсипчастою, крихкою, зернистою, в'язкою та ін. При цьому вона може бути однорідною або неоднорідною.

Важливу роль при органолептичному аналізі мають слухові відчуття. Вони

посилюють сприйняття дотику, смаку та нюху, наприклад хруст солоних огірків, квашеної капусти, сухарів. Простукуванням можна визначити ступень стиглості кавунів, заморожування м'яса, однорідності маси головки сиру.

Щоб зменшити суб'єктивність результатів, органолептичну оцінку проводить експертна комісія із 5 – 7 осіб. Під час підрахунку результатів дегустації враховують коефіцієнт вагомості або значущості методом переваги або ранжування. Користуючись методом переваги, найменш важливий показник дегустатор позначає цифрою 1, наступний за важливістю – 2 і далі у порядку переваги. За методом ранжування експерти нумерують показники якості продукту в порядку зростання (або убывання) їх значущості: 1, 2, 3 і т. д., підсумовують усі числа, проставлені експертами за кожним показником, а коефіцієнт вагомості розраховують як відношення цієї суми до загальної суми чисел, проставлених усіма експертами за всіма показниками.

Для деяких товарів (вино, чай) органолептична оцінка смаку і аромату є поки єдиним способом визначення якості та сорту.

### **ЗАВДАННЯ:**

За варіантом посилаючись ГОСТи, ДСТУ, ТУ прописати органолептичне оцінювання показників якості продукту

Таблиця 1.1.

Варіант	Харчовий продукт, сировина	Варіант	Харчовий продукт, сировина
1	Молоко	11	Ковбасні вироби
2	М'ясо птиці	12	Тверді сири
3	Риба	13	Овочі(любі)
4	Пшеничне зерно	14	Фрукти(любі)
5	Вершкове масло	15	Сухе молоко
6	Борошно	16	Консерви
7	Крохмалю	17	Яйце
8	Цукру	18	Крупи
9	Олія	19	Шоколад, цукерки
10	Хліб	20	Горіхи

Таблиця 1.2.

№	Назва показників	Вимоги	Умови проведення.	Нормативний документ
1	<i>Зовнішній вигляд, колір</i>			
2				
3				

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

### Класифікація та характеристика основних груп контамінантів в харчових продуктах

*Мета:* ознайомитись з головними представниками ксенобіотиків та їх характерними ознаками, надати токсикологічну оцінку найпоширенішим у навколишнім середовищі токсикантам.

#### 1. Основні поняття

Часто в використовують термін **ксенобіотик** (від грец. «іноземець») – чужорідна для біосфери хімічна речовина, що природно не синтезується і не може асимілюватись організмами, внаслідок чого не бере участь у природному кругообігу речовин, а тому вільно накопичується у компонентах довкілля (пластмаси, препарати побутової хімії, промислові забруднювачі, лікарські засоби, пестициди тощо).

Токсиканти можуть спричиняти пряму (токсичну) або непряму (опосередковану) дію на живі організми. Під **прямою** дією розуміють безпосереднє ураження організмів певної (або декількох) популяцій токсикантами (або їх сукупністю) відповідного ксенобіотичного профілю середовища. **Опосередкована дія** токсикантів проявляється, зазвичай, внаслідок дії ксенобіотичного профілю на біотичні або абіотичні елементи, коли умови і ресурси середовища перестають бути оптимальними для існування популяції.

Слід зазначити, що більшість токсикантів здатні спричиняти одночасно як пряму, так і опосередковану дію. В такому випадку їх характеризують як токсиканти **змішаної дії**.

При інтоксикації організму виділяють періоди: (1) контакту з речовиною, (2) прихований, (3) загострення і (4) період одужання.

Залежно від тривалості взаємодії хімічної речовини і інтоксикації організму можуть бути гострими і хронічними. **Гострою** називається інтоксикація, що розвивається в результаті одноразової або повторної дії речовини протягом обмеженого періоду часу (зазвичай не більше доби). Гострі отруєння характеризуються: надходженням в організм отрути в порівняно великих кількостях (при аваріях, помилковому прийомі всередину, розбризкуванні тощо); яскравими клінічними проявами безпосередньо в момент надходження або через невеликий (звичайно не більше декількох годин) прихований (латентний) період. **Хронічні** отруєння виникають поступово, при тривалій дії отрут, проникають в організм у відносно невеликих кількостях, малими дозами через деякі проміжки часу або хаотично.

#### 2. Класифікація токсикантів

На даний час відомо тисячі хімічних речовин, які можна класифікувати за наступними принципами:

1. *Походження:* (а) токсиканти природного походження: *біологічні* (бактеріальні токсини, рослинні отрути, отрути тваринного походження); *неорганічні* сполуки (метали у складі руд та мінералів; оксиди сірки, галогени, сірководень при вулканічній активності, монооксид і діоксид вуглецю, оксиди сірки і азоту, сажа – при лісових пожежах); *органічні* сполуки *небіологічного*

походження (пірен, бенз(а)пірен та ін., джерелами яких є поклади вугілля, нафти, вулканічна діяльність); (б) синтетичні токсиканти (пестициди, діоксини).

2. *Спосіб використання людиною*: інгредієнти хімічного синтезу та спеціальних видів виробництва; пестициди; ліки і косметика; харчові добавки; палива і мастила; розчинники, барвники, клеї; побічні продукти хімічного синтезу, домішки і відходи.

3. *Умови впливу*: забруднювачі навколишнього середовища (повітря, води, ґрунту, харчових продуктів); професійні (виробничі) токсиканти; побутові токсиканти; шкідливі звички й уподобання (тютюн, алкоголь, наркотичні засоби); уражаючі фактори (аварійного та катастрофічного походження, бойові отруйні речовини).

4. *Агрегатний стан*: рідкі, газоподібні, тверді.

5. *Хімічний склад*: оксиди, кислоти, луги, солі, важкі метали, органічні речовини (альдегіди, спирти, нітрозосполуки).

6. *Дисперсний стан*: молекулярно-іонні, колоїдні, грубодисперсні (суспензії, емульсії, аерозолі).

7. *Рівень токсичності* (згідно з європейською класифікацією): практично не токсичні, злегка токсичні (етанол), мало токсичні (хлорид натрію), сильно токсичні (фенобарбітал), надзвичайно токсичні (пікротоксин), супертоксичні (діоксин).

8. *Прояв дії*: фізіологічні, психо-фізіологічні, цитогенетичні, мутагенні, тератогенні, канцерогенні та ін.

9. *Характер впливу*: психотропної дії (наркотики: кокаїн, опій), бойові отруючі речовини (зарин, заман); нервово-паралітичної дії (карбофос, зарин); шкірно-резорбтивної дії (дихлоретан, ртуть, миш'як); загально-токсичної дії (ціаністий водень, алкоголь і його сурогати); задушливої дії (оксиди азоту, фосген); сльозоточивої та дратівної дії (хлорпікрин, бойові отруйні речовини, пари сильних кислот і лугів).

10. *Ознаки «вибіркової токсичності»*: серцеві токсиканти – викликають порушення серцевого ритму і ураження серцевого м'яза (серцеві глікозиди, солі барію, калію); нервові токсиканти – викликають психічні порушення, паралічі, кому (наркотики, фосфорорганічні сполуки, алкоголь); печінкові отрути – викликають ураження печінки (отруйні гриби, феноли); ниркові отрути – викликають ураження нирок (сполуки важких металів, щавлева кислота); кров'яні отрути – викликають руйнування еритроцитів, змінюють властивість гемоглобіну зв'язуватися з киснем крові (нітрити, миш'яковистий водень); шлунково-кишкові отрути – вражають різні відділи шлунково-кишкового тракту (сполуки важких металів, сильні кислоти і луги); легеневі отрути – вражають легені, викликають їх набряк (оксиди азоту).

## **ЗАВДАННЯ**

1. Охарактеризувати хімічні речовини за варіантом (табл. 2.1), відповідно до запропонованих ознак: назва; хімічна формула; фізико-хімічні властивості; джерела потрапляння у навколишнє середовище; використання в господарській діяльності (промисловості, побуті, сільському господарстві); шляхи потрапляння



в організм людини; механізми токсичної дії на тварин та людину (на які органи, тканини або процеси в організмі діє; критичні органи чи системи; наявність прояву специфічної дії: мутагенність, канцерогенність, тератогенність тощо); прояви гострого отруєння; ознаки хронічного отруєння; нормування (ГДК, ОБРВ в об'єктах довкілля); клас небезпеки; заходи безпеки.

2. Оформити детальний опис хімічних речовин.

Таблиця 2.1.

Варіант	Речовина		Варіант	Речовина	
1	Бензапіпен	Залізо	11	Альдрин	Цинк
2	Афлотоксин В1	Нітроти	12	Патулін	ПХБ
3	Дезоксиваленол	Свинець	13	Гистамін	Мідь
4	Дільдрин	Кадмій	14	Зеараленон	ДДТ
5	Натрію нітрат	Гептахлор	15	Бензапіпен	Олово
6	ОхратоксинА	Хлорофос	16	Линдан	Залізо
7	Стронцій-90	ДДД	17	Атразин	Фенол
8	АфлотоксинВ2	Цинк	18	Цезій-137	Едрин
9	Патулін	Метилртуть	19	Дільдрин	Ртуть
10	Нітрозаміни	Т-2 токсин	20	Хлордан	Миш'як

Таблиця 2.2

**Характеристика хімічних речовин**

Назва	
<i>Хімічна формула</i>	
<i>Фізико-хімічні властивості</i>	
<i>Дисперсний стан</i>	
<i>Рівень токсичності</i>	
<i>Джерела потрапляння</i>	
<i>Використання в господарській діяльності</i>	
<i>Шляхи потрапляння в організм людини</i>	
<i>Механізми токсичної дії на тварин та людину</i>	
<i>Прояви гострого отруєння;</i>	
<i>Ознаки хронічного отруєння;</i>	
<i>Нормування</i>	
<i>Характер впливу</i>	
<i>Ознаки «вибіркової токсичності»</i>	

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3

### Експертні методи оцінювання безпеки харчових продуктів.

**Мета:** розглянути вимірювальні методи дослідження якості продовольчих товарів.

**Прилади, лабораторний посуд, реактиви:** зразки харчових об'єктів, технічні ваги, набір рівноваг, термометри, ареометри, рефрактометр.

Вимірювальними методами показники якості харчових продуктів визначають за допомоги приладів, хімічних реактивів, за певними методиками, правилами. Отримані результати дослідження характеризуються високою об'єктивністю, точністю, достовірністю. В залежності від способів отримання результатів вимірювальні методи поділяють на фізичні, фізико-хімічні, хімічні, біохімічні, мікробіологічні, товарознавчо-технологічні.

**Фізичними методами** визначають густину, температуру плавлення, застигання і кипіння, оптичні властивості - **рефрактометричний метод; визначення густини, показника зломлення.**

**Фізико-хімічними методами** визначають хімічний склад продукту за допомогою фізичних методів – **спектрофотометричний, полярографічний, кондуктометричний, хроматографічний, потенціометричний, калориметричний, гравіметричний, люмінесцентний.**

**Хімічні методи** базуються на здатності досліджуваної речовини вступати в хімічні реакції з реактивами. За допомогою таких методів встановлюють хімічний склад та хімічні властивості компонентів харчових продуктів – **титриметричний**

**ЗАВДАННЯ:** заповнити таблицю 3.1

Таблиця 3.1

Метод аналізу	Токсиканти, що визначаються	Продукти в яких визначається	Нормативні документи за якими визначаються
Титриметричний			
Спектрофотометричний			
Гравіметричний			
Хроматографічний			
Потенціометричний			
Люмінесцентний аналіз			
Калориметрический			
Амперометричний			
Атомно-абсорбційний			

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4

### Основні принципи управління якістю та безпечністю харчових продуктів

1.1. Державне регулювання щодо безпеки харчових продуктів Безпека харчових продуктів регулюється дією таких законодавчих актів:

1. **Закон України «Про основні принципи та вимоги до безпечності та якості харчових продуктів»** (Відомості Верховної Ради (ВВР), 1998 зі змінами, редакція від 21.03.2021)

Цей Закон регулює відносини *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

Дія цього Закону не поширюється *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

2. **Закон України «Про державну систему біобезпеки при створенні, випробуванні, транспортуванні та використанні генетично модифікованих організмів»** від 31.05.2007 зі змінами, редакція від 16.10.2020.

Цей Закон регулює відносини *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

Цей Закон не застосовується *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

3. **Постанова Кабінету міністрів України № 468 «Про затвердження Порядку етикетування харчових продуктів, які містять генетично модифіковані організми або вироблені з їх використанням та вводяться в обіг»**, редакція від 17.02.2012.

Цей Порядок визначає *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

3. **Закон України «Про захист прав споживачів»** від 12.05.1991 зі змінами, редакція від 01.08.2021.

Цей Закон регулює відносини

*(продовжити)* \_\_\_\_\_.

5. **Постанова Кабінету Міністрів України «Про затвердження Порядку провадження торговельної діяльності та правил торговельного обслуговування на ринку споживчих товарів»** від 15.06.2006 зі змінами, редакція від 13.03.2019.

Ці Порядок та правила визначають \_\_\_\_\_.

6. **Закон України «Про державний контроль за дотриманням законодавства про харчові продукти, корми, побічні продукти тваринного походження, ветеринарну медицину та благополуччя тварин»** від 18.05.2017 зі змінами, редакція від 21.03.2021

Цей Закон визначає *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

Дія цього Закону не поширюється *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

7. **Міжнародні стандарти серії ISO 9000 визначають і містять вимоги** *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

8. **Міжнародні стандарти серії ISO 22000 визначають і містять вимоги** *(продовжити)* \_\_\_\_\_.

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №5**

### **Штрихкоди. Маркування товарів.**

**Мета:** вивчити правила маркування харчових продуктів, розшифрувати штриховий код та перевірити правильність контрольної цифри.

Оцінка якості харчових продуктів починається з зовнішнього огляду та оцінки споживчого пакування. Тож дуже важливо знати основні правила маркування харчових продуктів, які регламентовані Технічним регламентом щодо правил маркування харчових продуктів.

Маркування для фасованих харчових продуктів повинно містити таку обов'язкову інформацію:

- 1) назву харчового продукту;
- 2) склад харчового продукту;
- 3) будь-які інгредієнти або допоміжні матеріали для переробки, що використовуються у виробництві або приготуванні харчового продукту і залишаються присутніми у готовому продукті, навіть у змінній формі, які спричиняють алергічні реакції або непереносимість;
- 4) кількість окремих інгредієнтів (класу інгредієнтів);
- 5) кількість харчового продукту у встановлених одиницях виміру;
- 6) часові характеристики придатності харчового продукту;
- 7) умови зберігання, якщо харчовий продукт потребує особливих умов зберігання;
- 8) умови та рекомендації використання, якщо харчовий продукт потребує особливих умов використання;
- 9) найменування та місцезнаходження і номер телефону виробника або гарячої лінії, фактичну адресу потужностей (об'єкта) виробництва, а для імпортованих харчових продуктів - найменування та місцезнаходження і номер телефону імпортера;
- 10) найменування та місцезнаходження і номер телефону підприємства, яке здійснює функції щодо прийняття претензій від споживача, у разі якщо цим підприємством не є виробник;
- 11) номер партії виробництва;
- 12) інформацію про генетично модифіковані організми в складі харчового продукту (відповідно до чинного законодавства);
- 13) інформацію щодо місця походження для харчових продуктів, які лише упаковані або розфасовані в Україні, якщо відсутність такої інформації може ввести в оману споживача;
- 14) поживну (харчову) цінність із позначенням кількості білків, вуглеводів та жирів у встановлених одиницях виміру на 100г (100 мл) харчового продукту та енергетичну цінність (калорійність) виражену в кДж та/або ккал на 100 г (100 мл) харчового продукту;
- 15) застереження щодо споживання харчового продукту певними категоріями споживачів (дітьми, вагітними жінками, літніми людьми, спортсменами та алергіками), якщо такий продукт може негативно впливати на

їх здоров'я при його споживанні;

16) позначення знака для товарів і послуг, за яким харчовий продукт реалізується (за наявності).

Крім того, маркування може містити рекомендації до застосування, якщо за їх відсутності споживач не зможе відповідним чином використовувати продукт харчування.

У разі якщо харчові продукти пропонуються до реалізації кінцевим споживачам або закладам громадського харчування нефасованими, якщо пакування харчових продуктів здійснюється безпосередньо в місці продажу на прохання споживача або якщо харчові продукти упаковуються чи фасуються в місці продажу для подальшої реалізації кінцевим споживачам у цьому місці продажу, обов'язковою для надання у спосіб, визначений оператором ринку харчових продуктів, є така інформація:

- 1) назва харчового продукту;
- 2) будь-які інгредієнти або допоміжні матеріали для переробки, що використовуються у виробництві або приготуванні харчового продукту і залишаються присутніми у готовому продукті, навіть у змінній формі, які спричиняють алергічні реакції або непереносимість;
- 3) кількість харчового продукту у встановлених одиницях виміру.

У міжнародній торгівлі широко застосовують штрихове кодування. Основним об'єктом штрихового кодування є товар. Конкретні одиниці товару мають певні характеристики (розмір, масу, ціну, якість), завдяки яким один товар відрізняється від іншого, і тому повинні мати різні коди.

Використовуючи дані таблиці 1.1 необхідно розшифрувати та перевірити

## ЗАВДАННЯ

Пояснити значення штрих-коду, країну походження та провести розрахунок перевірки штрих-коду.

Таблиця 5.1.

### Штрих-коди товарів

№ п/п варіант	штрих-код	№ п/п варіант	штрих-код
1	2	3	4
1	4606319002009	16	4810148000772
2	4012982037093	17	3059943016576
3	8410179800127	18	4607039084603
4	2220071000565	19	2052055700006
5	<u>4003583121229</u>	20	<u>8934901730037</u>
6	<u>5060040302231</u>	21	29992000001543
7	4605996001787	22	3274870264313
8	400175094283	23	7613 0392 8009 6

1	2	3	4
9	<u>7322540157185</u>	24	8002470001275
10	<u>5000111040921</u>	25	4600660001063
11	<u>8436024293043</u>	26	<u>7640123861299</u>
12	<u>4607011660177</u>	27	<u>5901828000959</u>
13	<u>4751007733007</u>	28	<u>8850450218003</u>
14	<u>8410599091556</u>	29	<u>6922012704315</u>
15	<u>4601498001720</u>	30	<u>2220066000921</u>

ДСТУ 3144-95 «Коди та кодування інформації. Штрихове кодування. Терміни та визначення» дає таке визначення штрихового коду:

Штриховий код товару — це складене з вертикальних штрихів і проміжків зображення, в якому закодована послідовність символів, що є ідентифікаційним номером (кодом) товару.

Штрихове кодування є найважливішою частиною маркування товару. З впровадженням електронно-обчислювальної техніки зростає необхідність впровадження кодування товарів. За допомогою кодів легше систематизувати, знайти і розпізнати будь-який товар серед безлічі інших.

Штриховий код (ШК) являє собою системну послідовність світлих і темних вертикальних смуг різної товщини і цифрових позначень.

Наявність штрихового коду є обов'язковою умовою експорту товарів. У 1977 році була створена Європейська система кодування EAN (Європейська асоціація товарної нумерації).

Штриховий код першими стали застосовуватися в Італії, Німеччині, Франції, Англії. Щоб стати членом-користувачем Міжнародної асоціації EAN і отримати штриховий код на свою продукцію, підприємству необхідно зареєструватися в ЮНІСКАНі (Зовнішньоекономічна асоціація автоматичної ідентифікації). Ціни на товари без штрихового коду знижуються від 3 до 15%. Відсутність штрихового коду є однією з причин зниження конкурентоспроможності товарів.

Існують різні види кодів. Найбільш розповсюджені EAN (європейські) і IPC (американські). Коди EAN поділяють на три типи: EAN-8, EAN-13, EAN-14.

За штрихового коду можна судити про справжність товару, встановити фальсифікацію продукції.

Іноді код даних не збігається з кодом країни виробника. Це може бути в декількох випадках:

- фірма була зареєстрована і отримала код не в своє країні, а в тій, куди був направлений основний експорт продукції;
- товар міг бути виготовлений на дочірньому підприємстві, та виготовлений в іншій країні;
- засновниками підприємства є кілька фірм з різних держав;
- товар міг бути виготовлений в одній країні, але за ліцензією фірми з іншої

країни.

Для зчитування штрихових кодів застосовують:

- лазерні сканери, стаціонарні або портативні, якими можна зчитувати ШК на відстані від 60 см до 5-6 м від товару;
- касові термінали, оснащені системами зчитування ШК;
- оптичні контактні зчитувачі у вигляді лазерних пістолетів, ручок, олівців та ін.

Розміщують ШК на абсолютно рівній поверхні упаковки товару на задній її стінці в правому нижньому кутку на відстані 20 мм від країв.

#### **Розшифрування штрих-коду.**

У штрих-кодї логічна структура вже регламентована стандартом, і значення цифр в елементах цієї структури мають конкретний сенс. Приклад штрих-коду наведено на рисунку 1.2.



Рисунок 1.2. Штрих-код товару

Штриховий код EAN-13 включає тринадцять знаків. Розглянемо, що вони позначають.

Перші 2-3 цифри позначають країну походження товару, іноді називаються «прапором».

Наступні 4-5 цифр - код фірми виробника товару.

Потім ще 5 цифр позначають код товару.

Остання цифра контрольна, застосовується для перевірки правильності попередніх 12 цифр

Помилково вважається, що перші три цифри в розшифруванні штрих- коду визначають країну виробництва. Це не завжди так. По-перше, за цими трьома цифрами можна визначити тільки те, у якій національній організації зареєстроване підприємство.

По-друге, зовсім не обов'язково, що підприємство самостійно виробляє товар – це може бути власник торговельної марки або крупний постачальник, що розміщує виробничі замовлення в будь-якій цікавій йому країні.

**Перевірка штрих-коду.** Перевірити штрих-код і отримати інформацію про товар можна за допомогою спеціальних сайтів та програм. Наприклад, якщо вказати товарний номер, система пошукає його в глобальному реєстрі GEPiR (Global Electronic Party Information Registry) покаже дані про власника товарного коду і посилання на національну організацію GS1, у якій код був зареєстрований.

Також дійсність штрих-коду можна перевірити виконуючи наступні математичні дії:

1. Складемо числа, що знаходяться на парних місцях.
2. Отриману суму необхідно помножити на 3.
3. Те, що у нас вийшло, складемо з сумою всіх чисел, що знаходяться на непарних місцях, окрім останнього.
4. У отриманого числа забираємо десятки. Наприклад, число 72: забираємо 7 і виходить 2.
5. Від 10 віднімаємо наше отримане число. Наприклад:  $10 - 2 = 8$ . Тепер порівнюємо останню цифру коду з отриманою. Якщо вони рівні, значить штрих-код дійсний. А якщо не рівні, то штрих-код підроблений.

*Приклад*

*Для перевірки штрих-коду слід провести обчислення: код 4600104008498.*

1. *Скласти цифри, що стоять на парних позиціях*

$$6 + 0 + 0 + 0 + 8 + 9 = 23.$$

2. *Суму, отриману в пункті 1, помножити на 3*

$$23 \cdot 3 = 69.$$

3. *Скласти цифри, що стоять на непарних позиціях*

$$4 + 0 + 1 + 4 + 0 + 4 = 13.$$

4. *Скласти суми, отримані в пункті 2 і 3*

$$69 + 13 = 82.$$

5. *від 10 віднімає число 2, те що залишається після відняття десятків*

$$10 - 2 = 8.$$

*Якщо цифра після розрахунку не збігається з контрольною (останньою цифрою у ШК), це означає, що товар зроблений незаконно і його якість не гарантується.*

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6**

### **Розрахунок вмісту цинку та міді в раціоні харчування на основі визначеного фактичного вмісту їх у харчових продуктах**

Основним джерелом надходження цинку та міді в організмі людини є їжа. Досить багато цинку та міді міститься в м'ясі, морепродуктах, горіхах, а також на мідь багаті зернові культури



Таблиця.6.1

**Фактичний вміст цинку та міді в продуктах харчування**

Продукти	Cu мг/кг	Zn мг/кг
Молоко	0,17	2,17
Кефір, йогурт	0,21	2,12
Сметана	0,25	3,15
Сир кисломолочний	0,72	3,7
Сир твердий	1,03	24,4
Масло вершкове	0,24	1,47
М'ясо (яловичина, свинина, курятина)	0,99	23,9
М'ясні вироби	0,77	12,1
Яйця	0,65	4,7
Риба (рична або морська)	1,87	13,45
Рибні продукти	1,44	9,9
Крупи	2,3	13,5
Макаронні вироби	2,2	8,2
Хліб	1,2	6,7
Олія	0,13	0,8
Бобові	1,02	4,9
Картопля	0,48	2,2
Овочі та зелень	0,6	3,1
Цукор	0,73	1,85
Кондитерські вироби	1,01	6,4
Шоколад, цукерки	2,9	7,6

**ЗАВДАННЯ**

Для визначення кількості надходження цинку та міді в організм людини з щоденним набором харчових продуктів, проведіть розрахунок вмісту цих елементів в рекомендованому середньодобовому наборі продуктів при енергетичних витратах 2800-3000 ккал

Таблиця 6.2

**Вміст цинку та міді в рекомендованому середньодобовому наборі продуктів**

Вид продукції	Порція г/добу	Вміст Cu в порції, мг	Вміст Zn в порції
1	2	3	4
Молоко, к/м напої	0,5		
Риба, рибні продукти	50-55		
М'ясо, м'ясні продукти	190-215		
Сир твердий	15-20		
Сир к/м	30		
Масло вершкове	25-30		
Сметана	15		

1	2	3	4
Рослинна олія	20-25		
Крупи, макаронні вироби	40		
Хліб	330-360		
Бобові	5		
Картопля	265-285		
Овочі	385-450		
Фрукти,ягоди	200-220		
Цукор, кондитерські вироби	50-100		
<b>Всього</b>			

Таблиця 6.3

**Вміст цинку та міді в прикладному добовому раціоні  
дітей від 3 до 7 років**

Раціон дітей від 3 до 7 років				
Назва страви	Вихід страви, г	Нетто, кг	Мідь мг на порцію	Цинк мг на порцію
1	2	3	4	5
<b>Сніданок</b>				
<b>Молочна вівсяна каша</b>	<b>200</b>			
Молоко		0,1		
Вода		0,11		
Крупа вівсяні пластівці		0,012		
Масло вершкове		0,002		
Цукор		0,002		
<b>Хліб пшеничний з маслом і сиром</b>	<b>49</b>			
Хліб пшеничний		0,03		
Масло вершкове		0,005		
Сир твердий		0,014		
<b>Какао</b>	<b>200</b>			
Какао-порошок		0,002		
Молоко		0,05		
Цукор		0,015		
Вода		0,15		
Яблуко	70	0,07		
<b>Обід</b>				
<b>Салат із помідорів та огірків</b>	<b>55</b>			
Помідори свіжі		0,021		
Огірки свіжі		0,018		
Цибуля ріпчаста		0,013		
Олія		0,003		
<b>Суп гороховий</b>	<b>200</b>			
Картопля		0,04		
Горох лущений		0,016		
Цибуля		0,008		
Морква		0,008		
Петрушка		0,002		
Сметана		0,003		

1	2	3	4	5
Олія		0,002		
Хліб житній	30	0,03		
<b>Печене по-домашньому</b>	<b>150</b>			
Яловичина		0,06		
Картопля		0,083		
Цибуля		0,007		
Олія		0,004		
Томатне пюре		0,004		
Хліб пшеничний	30	0,03		
Компот зі свіжих плодів	180			
Яблука		0,04		
Вода		0,155		
Цукор		0,012		
<b>Вечеря</b>				
<b>Запіканка сирна з сметанним соусом</b>	<b>122/5</b>			
Сир к/м		0,083		
Яйця		0,01		
Молоко		0,035		
Крупа манна		0,008		
Масло вершкове		0,002		
Сметана		0,00012		
Борошно пшеничне		0,00032		
Вода		0,037		
Булка з медом	30/2	0,03/0,002		
Кефір	200	0,2		
<b>Всього</b>				

**ВИСНОВОК** Як бачимо з прикладним добовим раціоном в організм дорослої людини надходитиме \_\_\_ мг цинку, що складатиме \_\_\_ від добової потреби цинку та \_\_\_ мг міді, яка на \_\_\_\_\_ (менше/більше) від рекомендованої потреби.

Аналізуючи прикладний добовий дитячий раціон, встановлено, що дитина отримає \_\_\_ мг цинку і \_\_\_ міді, в той час як добова потреба в цинку для дітей дошкільного віку (4-6 років) складає 10,0 мг а міді 1,2 мг.

Тобто дитина отримає \_\_\_\_\_ рекомендованої кількості цих мікроелементів.

Таким чином рекомендований набір продуктів для дорослої людини містить \_\_\_\_\_ кількість мікроелементів цинку та міді, а саме цинк на \_\_\_\_\_ (менше/більше) за норму добової фізіологічної потреби, а мідь на \_\_\_\_\_ від рекомендованої потреби.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №7

### Експертиза безпечності риби та рибопродуктів

**Мета заняття:** Навчити студентів методики гігієнічного оцінювання якості та безпеки риби і рибних продуктів

**ЗАВДАННЯ:** За нормативними документами заповнити таблицю 7.1

Таблиця 7.1

Які токсичні сполуки визначаються у рибі та рибопродуктів	Метод визначення	Нормативний документ	МДД

#### **Дослід 1. Визначення кислотності м'язової тканини риби.**

У тушці риби роблять неглибокі надрізи, в які кладуть смужки лакмусового паперу, змочені водою, і притискають їх до м'яса скляною паличкою. Через 10 хв смужки лакмусового паперу переносять на білу поверхню і порівнюють з кольором контрольних папірців, змочених водою.

Для свіжої риби характерною є наявність кислого середовища, про що свідчить почервоніння лакмусового паперу. Для риби, яку зберігали тривалий час, з ознаками автолізу, характерною є нейтральна реакція, на що вказує фіолетовий колір лакмусового папірця. Посиніння лакмусового папірця свідчить про лужне середовище, що є характерним для риби несвіжої, з виразними ознаками гниття.

#### **Визначення концентрації водневих іонів рН-метром.**

Готують витяжку з 1 частини фаршу з їстівної частини риби і 10 частин води. Екстрагують протягом 10 хв. Концентрація водневих іонів визначають потенціометрично на рН-метрі.

Риба, придатна для їжі, має рН від 6,5 до 6,8; рН риби сумнівної свіжості: 6,9 – 7; несвіжої – 7,1 і вище.

#### **Дослід 2. Редуктазна проба.**

Метод ґрунтується на здатності відновного фермента редуктази, який виділяють гнильні мікроорганізми, знебарвлювати окисно-відновні індикатори, зокрема метиленовий синій.

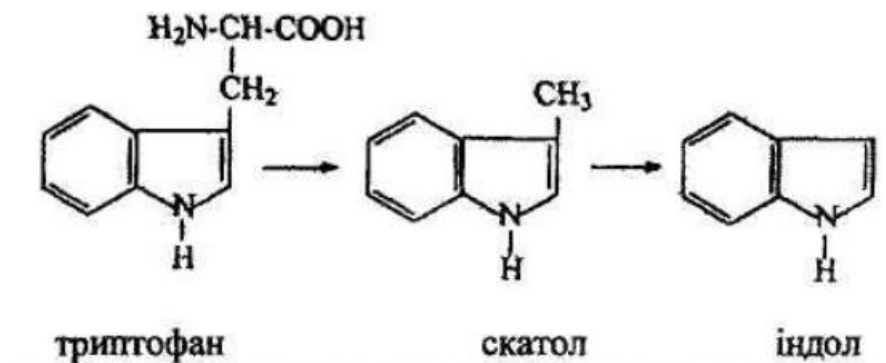
Наважку фаршу риби вагою 5 г кладуть у пробірку, заливають дистильованою водою, збовтують і залишають на 30 хв. Після цього додають 1 см<sup>3</sup> водного розчину метиленового синього (концентрація 1 г/дм<sup>3</sup>), пробірку збовтують, щоб фарш рівномірно зафарбувався, екстракт заливають шаром вазелінової олії заввишки 1 см. Пробірку ставлять у термостат і спостерігають за знебарвленням екстракту.

Екстракт з фаршу несвіжої риби знебарвлюється через 20-40 хв; екстракт з несортованої риби - через 40 хв -2 год 30 хв; з риби першого і другого гатунків -

через 2 год 30 хв і більше. Під час визначення результатів наявність синього кільця під шаром вазелінової олії не враховують.

### Дослід 3. Проба на індол.

Метод ґрунтується на здатності спиртового розчину індола з парадиметилуамінобензальдегідом або хлоридною кислотою давати червоне забарвлення.



Фарш досліджуваної риби (20 г) розтирають у ступці з 10 см<sup>3</sup> етилового спирту (950 г/дм<sup>3</sup>) до одержання однорідної маси, потім переносять у колбу об'ємом 200 – 250 см<sup>3</sup>. Додають 50 см<sup>3</sup> етилового спирту, вставляють у шийку колби лійку і нагрівають на киплячій водяній бані протягом 5 хв, рахуючи з моменту закипання спирту. Спиртову витяжку відфільтровують через марлю у фарфорову чашку, залишок фаршу в марлі віджимають і весь фільтрат випарюють на водяній бані до об'єму 5 – 7 см<sup>3</sup>. Залишок переносять у мірний циліндр, об'єм доводять спиртом до 10 см<sup>3</sup> і фільтрують через складчастий фільтр. Одержаний фільтрат у кількості 5 см<sup>3</sup> переносять у пробірку, додають 0,5 мл концентрованої хлоридної кислоти, перемішують і пробірку ставлять на киплячу водяну баню на 20 с. За наявності індолу рідина забарвлюється у рожевий колір, інтенсивність забарвлення визначає кількість індолу. Виявлення індолу в м'ясі риби свідчить про наявність у ній гнильних процесів.

### Дослід 4. Визначення ступеню псування риби за хімічними показниками

При охолодженні в рибах відбуваються суттєві фізичні і біохімічні зміни. До фізичних змін належать збільшення густини м'язової тканини і в'язкості тканинних соків, зменшення маси риби внаслідок часткового випаровування вологи з її поверхні при охолодженні в повітряному середовищі (усихання риби). До біохімічних змін відносять сповільнення життєдіяльності мікроорганізмів, зниження автолітичних, окислювальних та інших процесів.

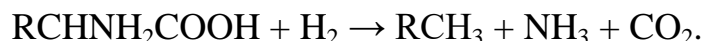
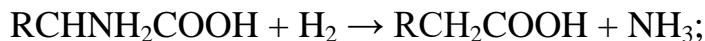
Порушення умов охолодження риби супроводжується зміною її якості. Тому якість риби охолодженої і мороженої оцінюють за хімічними показниками.

**Підготовка до аналізу.** Рибу, відібрану для лабораторного дослідження, очищують від механічних забруднень і луски, але не миють. Дрібну рибу (заморожену після дефростації) пропускають крізь м'ясорубку без попереднього розбирання. Для дослідження крупної риби м'ясо відокремлюють від шкіри і кісток. Відібрані проби двічі пропускають крізь м'ясорубку з діаметром отворів решітки 2 – 3 мм, фарш ретельно перемішують і частину його (250 – 300 г)

переносять у широкогорлу колбу з притертою пробкою.

#### **Дослід 5. Визначення аміаку**

У разі псування м'яса риби внаслідок автолізу, а також під дією ферментів, які виділяються гнильними мікроорганізмами, відбувається дезамінування амінокислот, внаслідок чого вивільнюється газоподібний аміак:



Аміак є безбарвний, але з парами соляної кислоти утворює добре помітну хмарку хлористого амонію:



**Методика визначення.** У пробірку наливають 3 см<sup>3</sup> суміші Ебера, закорковують її пробкою і струшують 3 рази. Після цього виймають пробку і відразу ж закорковують пробірку другою пробкою з скляною паличкою, що має зігнутий кінець до якого прикріплено шматочок м'яса досліджуваної риби. Досліджуваний об'єкт повинен мати температуру, близьку до температури у лабораторії. М'ясо слід вводити у пробірку так, щоб воно не дотикалося до її стінок. За наявності вільного аміаку біля шматочка м'яса риби утворюється біла хмарка хлористого амонію.

Інтенсивність реакції позначають таким чином:

(-) – реакція негативна – риба свіжа;

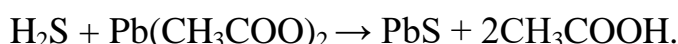
(+) – реакція слабопозитивна; хмарка розпливчаста, швидко зникає – риба підозрілої свіжості;

(++) – реакція позитивна; хмарка стійка, з'являється через кілька секунд після внесення м'яса у пробірку з реактивом – риба несвіжа;

(+++ ) – реакція різко позитивна; хмарка з'являється негайно після внесення м'яса у пробірку з реактивом риба зіпсована.

#### **Дослід 6. Визначення сірководню**

При розкладанні сірковмісних амінокислот (цистин, цистеїн, метіонін), які входять до складу м'яса риби, виділяється сірководень, який з оцтовокислим свинцем утворює сірчистий свинець чорного кольору:



**Методика визначення.** 20 г фаршу розміщують на дні колби. Колбу закривають пробкою до якою прикріплений фільтрувальний папір. Папір повинен бути підвішений на відстані 1 см від поверхні фаршу. На нижній край фільтрувального паперу попередньо наносять 4 краплини розчину свинцевої солі. Колбу витримують 15 хв при кімнатній температурі. Одночасно проводять контрольний дослід: смужку фільтрувального паперу, змочену розчином

свинцевої солі, витримують 15 хв на повітрі. Через 15 хв порівнюють колір паперу в основному та контрольних дослідах. За наявності у досліджуваному зразку вільного сірководню спостерігається побуріння або почорніння змочених розчином свинцевої солі ділянок паперу.

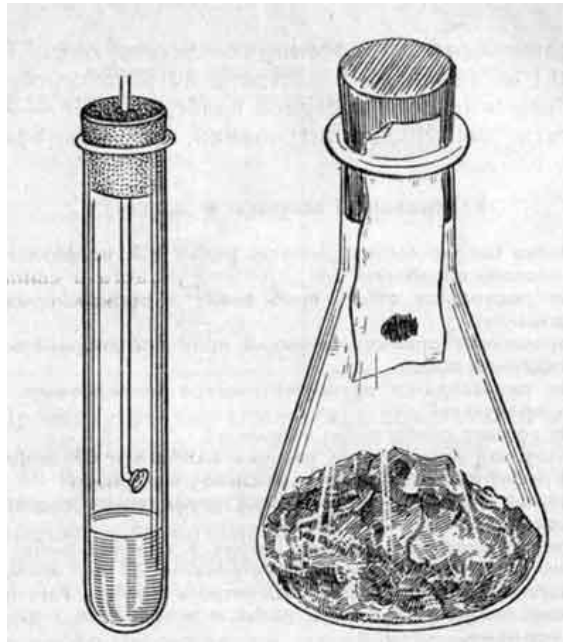


Рис. 7.1

Інтенсивність реакції позначають таким чином:

(-) – реакція негативна – відсутність забарвлення;

(+) – реакція слабонегативна – сліди забарвлення;

(+) – реакція слабопозитивна – буре забарвлення по краях плями;

(++) – реакція позитивна – буре забарвлення всієї плями, більш інтенсивне по краях;

(+++) – реакція різко позитивна – інтенсивне темно-буре забарвлення всієї плями.

#### **Дослід 7. Визначення вмісту гістаміну в рибі.**

Гістамін – поширений біогенний амін, накопичення якого в рибі може спричинювати харчові отруєння.

На сьогоднішній день одними з найпоширеніших захворювань людини є алергічні реакції на різні чинники. Однією з причин виникнення алергій є вміст гістаміну у рибі та рибних продуктах, які людина споживає.

Гістамін є біогенним аміном, підвищений вміст якого, перш за все, в рибопродуктах, може стати причиною харчових отруєнь. Накопичення гістаміну в рибі найбільш імовірно при порушеннях холодильного зберігання, недотриманні технології відтаювання та термінів зберігання перед термічною обробкою.

В цих умовах у м'язовій тканині риб, особливо тунців та скумбрії, вміст гістаміну може досягати концентрації, що є токсичною.

Плановому контролю за цим показником підлягає свіжоморожена риба скумбрієвих, тунцевих, лососєвих, оселедєєвих порід та продукти їх переробки:

філе, кулінарні вироби, консерви.

Небезпека отруєння людей гістаміном полягає у його стійкості до температурного фактора (заморожування та термічна обробка), а також у специфічних симптомах у людей, які можуть проявлятися протягом декількох годин чи діб, а випадки отруєння часто недооцінюються через невстановлену етіологію захворювання. Тому основним підтвердженням отруєння людини гістаміном є його виявлення у продуктах харчування!

Фотометричний метод визначення гістаміну оснований на вимірюванні величини абсорбції забарвленого похідного, отриманого при взаємодії гістаміну з діазореактивом. Діапазон вимірювання гістаміну – від 10 мкг/кг

**Побудова калібрувальної кривої.** ДСТУ 4894:2007 «Риба та рибні продукти. Фотометричний метод визначення гістаміну.» Для приготування основного розчину, який містить 40 мкг/см<sup>3</sup> гістаміну. Далі одержують робочі розчини з концентраціями 5; 10; 20, 30 мкг/см<sup>3</sup> відповідно.

Основний розчин гістаміну зберігають у холодильнику протягом тижня, робочі розчини готують щоденно.

*Для готування основного стандартного розчину гістаміну з масовою концентрацією 40 мкг/см<sup>3</sup> наважку 0,0040 г поміщують к мірну колбу на 100 мл і розчиняють у трихлороцтовій кислоті з масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>, ретельно перемішують, та доводять об'єм до мітки.*

*Для готування гранувального розчину гістаміну з масовою концентрацією 20 мкг/см<sup>3</sup> у мірну колбу на 25 мл поміщують 10 мл основного стандартного розчину гістаміну з масовою концентрацією 40 мкг/см<sup>3</sup> та 10 мл розчину трихлороцтовій кислоті з масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>, ретельно перемішують.*

*Для готування градуовального розчину гістаміну з масовою концентрацією 10 мкг/см<sup>3</sup> у мірну колбу на 25 мл поміщують 5 мл основного стандартного розчину гістаміну з масовою концентрацією 40 мкг/см<sup>3</sup> та 15 мл розчину трихлороцтовій кислоті з масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>, ретельно перемішують.*

*Для готування градуовального розчину гістаміну з масовою концентрацією в 5 мкг/см<sup>3</sup> у мірну колбу на 25 мл поміщують 2,5 мл основного стандартного розчину гістаміну з масовою концентрацією 40 мкг/см<sup>3</sup> та 17,5 мл розчину трихлороцтовій кислоті з масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>, ретельно перемішують.*

Основний стандартний розчин гістаміну зберігають у холодильнику протягом 7 днів, градуовальні розчини гістаміну з концентраціями 5; 10; 20, 30 мкг/см<sup>3</sup> готують у день, коли проводиться аналіз.

Від кожного градуовального розчину відбирають по 5 мл у пробірки з притертими кришками, додають до кожної пробірки по 1 мл їдкою натрію (масова концентрація 200 г/дм<sup>3</sup>) та вносять шпателем сухий карбонат натрію до утворення насиченого розчину (чергові порції не розчиняється). Потім до пробірок наливають по 5 мл бутанолу-1, закривають пробками та струшують. Залишають розчини до поділу фаз.

Після розшарування за допомогою шприцю відбирають 3 мл верхнього



бутанольного шару та переносять у інші пробірки у які попередньо було внесено по 3 мл розчину соляної кислоти (концентрацією 0,1 М). Пробірки закривають пробками, ретельно струшують, та залишають до розподілу фаз.

Після поділу шарів, шприцем з кожної пробірки відбирають 2 мл нижнього водного шару, переносять у інші пробірки, додають по 2 мл розчину карбонату натрію (концентрацією 40 г/дм<sup>3</sup>), закривши пробками, витримують 5 хв у морозильній камері.

До охолоджених розчинів додають по 2 мл охолодженого діазореактиву, і знову витримують у морозильнику при 0<sup>0</sup>С 5 хв. Розчин набуває рожево-малинового забарвлення.

Потім у пробірки додають по 4 мл етилацетату, енергійно струшують 30 с, та залишають до поділу фаз. Після поділу фаз, шприцем відбирають верхні шари, та переносять у нові пробірки, у які попередньо було внесено по 1 г сульфату натрію, при цьому розчини повинні стати прозорими. Якщо це не відбулося у пробірки з непрозорими розчинами вносять ще сульфат натрію.

Забарвлені прозорі розчини фотокалориметрують з використанням кювети 5 мм, при довжини хвилі 490 (зелений світлофільтр). Як розчин порівняння використовують етилацетат. Проводять три паралельних вимірювань та усереднюють значення.

Будують градувальний графік.

#### ***Відбирання та готування проб.***

Відбирають і готують проби до випробування згідно з: ДСТУ 7972:2015 «Риба та рибні продукти. Правила приймання, методи відбирання проб», ДСТУ 8448:2015 «Продукти харчові консервовані. Відбирання проб і готування їх до випробування», ДСТУ 8451:2015 «Риба та рибні продукти. Методи визначення органолептичних показників».

Зразки риби сирцю, охолоджені, доставляють у лабораторію відразу після відбирання протягом не більше ніж 1 год. У випадку тривалого транспортування, зразки треба транспортувати охолодженими з використанням холодильника. Досліджують зразки у день прибуття зразка у лабораторії. За необхідністю дозволено зразки зберігати при температурі не вище 8<sup>0</sup>С протягом 3 діб.

#### ***Кількісне визначення вмісту гістаміну в рибних продуктах.***

Наважку гомогенізованого зразка масою 10,00 г поміщують у мірну колбу місткістю 100 мл, додають 40 мл трихлороцтової кислоти (масова концентрація 50 г/дм<sup>3</sup>) та 5 хв струшують, у апараті для струшування рідин. Колбу закривають зворотнім холодильником, та нагрівають при 60<sup>0</sup>С, потім охолоджують до кімнатної температури.

Охолоджену суміш переносять у мірні циліндри на 50 мл, тричі ополіскують трихлороцтовою кислотою (масова концентрація 50 г/дм<sup>3</sup>) и доводять до мітки.

Суміш фільтрують через паперових фільтр. Фільтрат 1 зберігають у холодильнику до кінця аналізу. Фільтрат 1 об'ємом 5 мл, поміщують у пробірку, та проводять усі операції, що були описані для стандартних розчинів гістаміну.

Для визначення концентрації використовують калібрувальний графік.

ДОДАТОК А  
(довідковий)  
ГРАДУЮВАЛЬНИЙ ГРАФІК

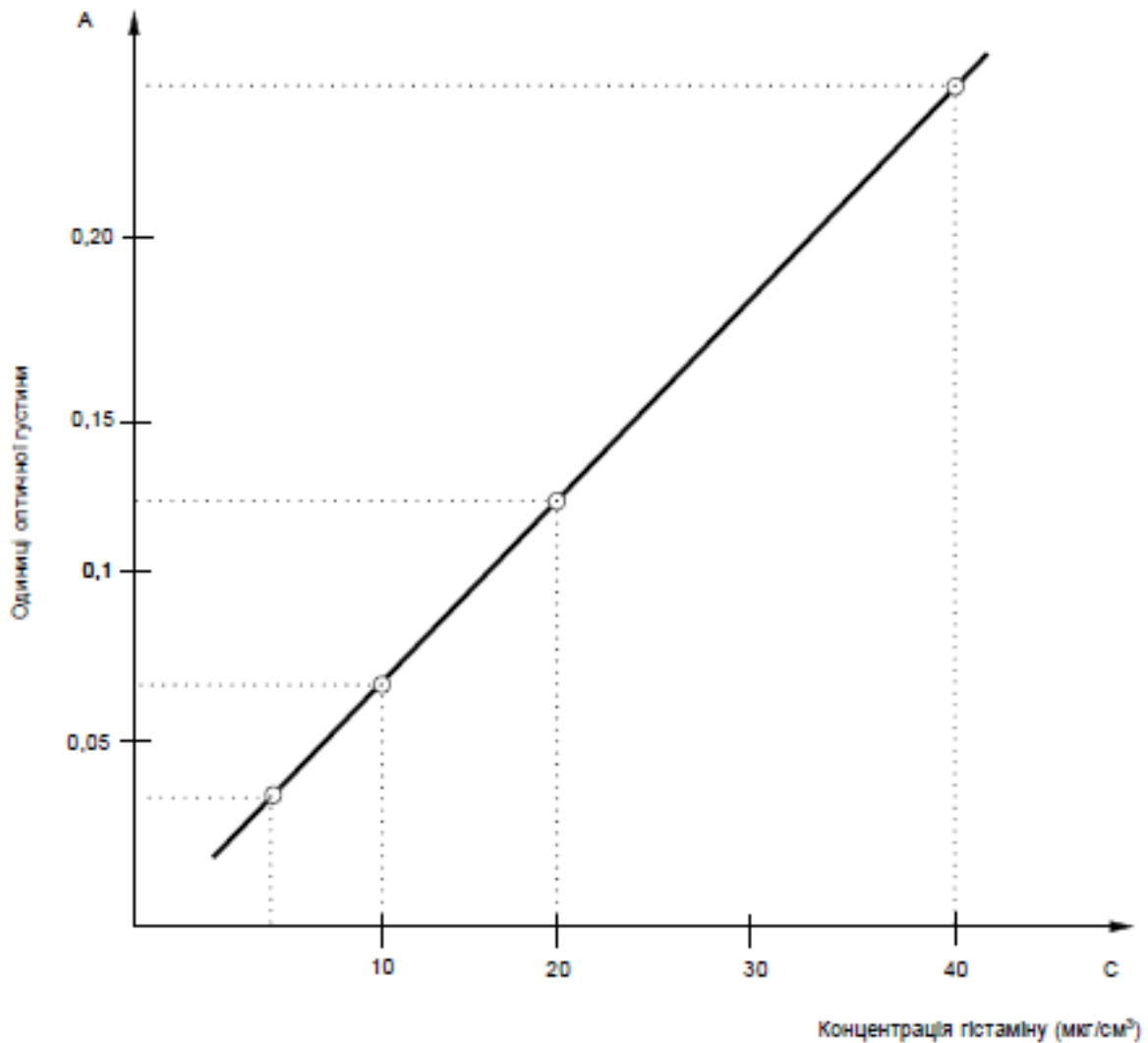


Рисунок — А.1

Рис 7.2. Калібрувальний графік для визначення гістаміну

**ЗАВДАННЯ:** Розрахувати вміст гістаміну у зразку риби

**Опрацювання результатів**

Вміст гістаміну в міліграмах на кілограм обчислюють за формулою:

$$\omega = \frac{C \cdot V}{m} \cdot F$$

де

C – концентрація гістаміну знайдена за градувальним графіком, мкг/мл;

V – об'єм фільтрату 1, мл:

m – маса зразка продукту, г;

F – чинник розведення, який знаходять за формулою:

$$F = \frac{V_{\phi} + V_{\text{ТО}}}{V_{\phi}}$$

$$F = \frac{10 + 90}{10} = 10$$

$V_{\phi}$  – об'єм фільтрату

$V_{\text{ТО}}$  – об'єм трихлороцтової кислоти, що додали до фільтрату 1, під час розведення

Таблиця.7.2

**Вміст гістаміну не повинен перевищувати:**

Нормативний документ	Назва НД	Гранично-допустимі рівні, мг/кг
ДСТУ 2284:2010	Риба жива. Загальні технічні вимоги	100,00
ДСТУ 4868:2007	Риба заморожена. Технічні умови	100,00 (для лососевих та скумбрієвих)
ДСТУ 6025:2008	Риба солена. Технічні умови	100,00 (для скумбрієвих)

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №8

### Гігієнічна експертиза м'яса і м'ясних продуктів

**Мета заняття:** Навчити студентів методики гігієнічного оцінювання якості та безпеки м'яса і м'ясних продуктів та складання протоколу з аргументованим висновком про можливість і порядок реалізації продуктів для харчування людей.

### ЗАВДАННЯ

1. Ознайомитися з документом ДСТУ 4436:2005 «НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ. КОВБАСИ ВАРЕНІ, СОСИСКИ, САРДЕЛЬКИ, ХЛІБИ М'ЯСНІ. Загальні технічні умови» за посиланням [http://ksv.do.am/GOST/DSTY\\_ALL/DSTY2/dsty\\_4436-2005.pdf](http://ksv.do.am/GOST/DSTY_ALL/DSTY2/dsty_4436-2005.pdf)

2. Заповнити таблицю ГДР вмісту токсичних елементів у ковбасних виробках, передбачених МБТ № 5061.

**Допустимі рівні вмісту токсичних елементів**

Назва токсичного елемента	Гранично допустимі рівні, мг/кг, не більше ніж	Метод контролювання
Свинець		Згідно з ГОСТ 26932
Кадмій		Згідно з ГОСТ 26933
Миш'як		Згідно з ГОСТ 26930
Ртуть		Згідно з ГОСТ 26927
Мідь		Згідно з ГОСТ 26931
Цинк		Згідно з ГОСТ 26934

ДСТУ 7670:2014 «Сировина і продукти харчові. Готування проб. Мінералізація для визначання вмісту токсичних елементів».

ГОСТ 30178-96 «Сировина і продукти харчові. Атомно-абсорбційний метод визначення токсичних елементів».

Наказ «Про затвердження методичних вказівок «Визначення вмісту ртуті в об'єктах виробничого, навколишнього середовища і біологічних матеріалах» від 10.06.2005 № 263.

## 3. Вміст

Нітрозамінів \_\_\_\_\_,

Пестицидів \_\_\_\_\_,

Афлатоксину В<sub>1</sub> \_\_\_\_\_,

Гормональних препаратів \_\_\_\_\_

у ковбасних виробках не повинен перевищувати допустимих рівнів, встановлених МБВ № 5061—89 «Медико-біологіческие требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов» Затверджені Міністерством охорони Здоров'я 01.08.89 № 5061 та ДСанПіН 8.8.1.2.3.4-000—2001 Допустимі дози, концентрації, кількості та рівні вмісту пестицидів у сільськогосподарській сировині, харчових продуктах, повітрі робочої зони, атмосферному повітрі, воді водоймищ, ґрунті, Затверджені МОЗ України 20.09.2001 № 137.

4. Вміст радіонуклідів у ковбасних виробках не повинен перевищувати допустимі рівні, які встановлено «ДР—97 Допустимі рівні вмісту радіонуклідів Cs<sup>137</sup> і Sr<sup>90</sup> в продуктах харчування та питній воді», Затверджені МОЗ України 19.08.97 № 255: <sup>137</sup>Cs \_\_\_\_\_ Бк/кг, <sup>90</sup>Sr \_\_\_\_\_ Бк/кг.

5. Вміст нітриту натрію не більше ніж \_\_\_\_\_ згідно з ДСТУ ENV 12014-3 та ДСТУ ENV 12014-4/

ДСТУ ISO 3091:2019 М'ясо та м'ясні продукти. Метод визначення вмісту нітрату (контрольний метод) (ISO 3091:1975, IDT).

ДСТУ ISO 2918:2005 М'ясо та м'ясні продукти. Метод визначення загального вмісту нітриту (контрольний метод) (ISO 2918:1975, IDT).

ДСТУ ENV 12014-3:2003 Продукти харчові. Визначання вмісту нітрату і (або) нітриту. Частина 3. Спектрометричне визначання вмісту нітрату та нітриту в м'ясних продуктах після ферментативного відновлювання нітрату до нітриту (ENV 12014-3:1998, IDT).

ДСТУ ENV 12014-4:2003 Продукти харчові. Визначення вмісту нітрату і (чи) нітриту. Частина 4. Метод іонообмінної хроматографії (IX) для визначення вмісту нітрату та нітриту в м'ясних продуктах (ENV 12014-4:1998, IDT)

6. Приведіть дані та заповніть таблицю, що до мікробіологічних показників ковбасних виробів яким вони повинні відповідати

Таблиця 8.2

**Мікробіологічні показники ковбасних виробів**

Назва показника	Норма			Метод контролювання
	Варені ковбаси вищого, 1 і 2 сортів, сосиски, сардельки, м'ясні хліби	Варені ковбаси 2 сорту з використанням крупів, м'ясної маси, субпродуктів	Варені ковбаси 3 сорту	
Кількість мезофільних аеробних та факультативно-анаеробних мікроорганізмів, КУО, в 1 г продукту, не більше ніж				Згідно ДСТУ 8720
Патогенні мікроорганізми, зокрема бактерії роду <i>Salmonella</i> , у 25 г продукту				Згідно ДСТУ EN 12824 або 11.8
Бактерії групи кишкових паличок (БГКП), у 1 г продукту				Згідно ДСТУ 8720
Сульфітрeredукувальні клостридії: — в 0,01 г продукту — в 1,0 г продукту для Запакованих під вакуумом				Згідно ДСТУ 8720
Коагулазопозитивні стафілококи в 1 г продукту для дитячого та дієтичного харчування				Згідно ДСТУ 8720
<i>Staphylococcus aureus</i> в 1,0 г продукту				Згідно ДСТУ 8720 або ДСТУ ISO 6888-1, або ДСТУ ISO 6888-2
<i>L.monocytogenes</i> , у 25 г продукту				Згідно ДСТУ ISO 11290-1, ДСТУ ISO 11290-2 або 11.8

ДСТУ 8720:2017 Вироби ковбасні та продукти з м'яса. Методи визначення мікробного забруднення.

ДСТУ EN 12824:2004 Мікробіологія харчових продуктів і кормів для тварин. Горизонтальний метод виявлення *Salmonella* (EN 12824:1997, IDT).

**Дослід 1. Визначення фізико-хімічних показників м'яса**

Під дією ферментів, які продукують мікроорганізми в процесі гнильного

псування м'яса, відбувається гідроліз білків. Білки розкладаються спочатку до альбумоз і поліпептидів, потім – до амінокислот. Амінокислоти в свою чергу внаслідок різних хімічних процесів – дезамінування, бродіння тощо – утворюють жирні та інші кислоти (зокрема леткі) , вільні амінні та карбоксильні групи, аміак, сірководень тощо, більшість з яких надає м'ясу неприємного гнильного запаху.

### **Дослід 2. Реакція м'яса з міді сульфатом (проба Андрієвського)**

Наявність у бульйоні продуктів розкладання визначають за утворенням у ньому пластівців або осаду.

Поява в бульйоні пластівців умовлена взаємодією іонів міді з первинними продуктами розкладання білків; утворення забарвленого осаду – взаємодією з продуктами глибшого розкладання.

**Техніка визначення.** Гарячий бульйон фільтрують через шар вати завтовшки не менше ніж 0,5 мл у пробірку, поставлену в склянку з холодною водою. Якщо після фільтрації в бульйоні залишаться пластівці білка, то бульйон додатково фільтрують через фільтрувальний папір.

У пробірку наливають 2 мл профільтрованого бульйону і додають 3 краплі 5 % водного розчину міді сульфату. Пробірку струшують 2-3 рази і ставлять у штатив. Через 5 хв за наявності пластівців або осаду оцінюють результат реакції.

**Дослід 3. Реакція м'яса на лакмус.** У м'ясі поряд із азотистими речовинами (білковими і небілковими) міститься багато не азотистих речовин (глікоген, цукри, кислоти), кількість яких залежить від багатьох причин і головним чином від угодованості тварин. Так, вміст глікогену найбільший у м'ясі тварин понад середню вгодованість. Після забою тварин під час остигання й охолодження у м'ясі відбувається ферментативний процес, який називають визріванням. При цьому значна частина глікогену перетворюється на молочну кислоту, унаслідок чого слабо лужна реакція м'яса переходить у слабо кислу.

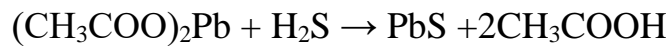
Водночас з молочною кислотою, вміст якої у м'ясі, що визріло, досягає 640 мг на 100г , в утворенні кислої реакції беруть участь мурашина, оцтова і масляна кислоти і фосфорнокислий калій.

**Техніка визначення.** Дві лакмусові смужки паперу – червону і синю – змочують дистильованою водою , кладуть у свіжий розріз м'яса і притискують.

За наявності аміаку лакмусовий папір синіє. Інтенсивність і швидкість посиніння папірця свідчить про ступінь псування продукту.

**Дослід 4. Реакція на сірководень.** Під час гнильного розкладання білків водночас з іншими продуктами цього процесу утворюються леткі сполуки, які є головними носіями гнильного запаху. До них належать скатол та індол, які утворюються з амінокислот ароматичного ряду, а також меркаптани та сірководень, який утворюється з цистина. Наявність цих речовин свідчить про глибоке гнильне розкладання білків м'яса.

Наявність сірководню визначають за допомогою розчину плюмбуму ацетату, краплю якого наносять на смужку фільтрувального паперу. За наявністю сірководню на папері утворюється пляма , яка має світло-буре забарвлення. Відбувається така реакція:



Чутливість реакції можна посилити, використовуючи лужний розчин плюмбуму ацетату.

**Техніка визначення.** У хімічну склянку кладуть невелику кількість подрібненого м'яса і закривають кришкою. Під кришку підкладають смужку фільтрувального паперу з нанесеною на неї краплиною лужного розчину ацетатнокислого свинцю. Не відкриваючи кришки кожні 5 хвилин спостерігають за зміною кольору краплини розчину. Через 15 хвилин дослід припиняють.

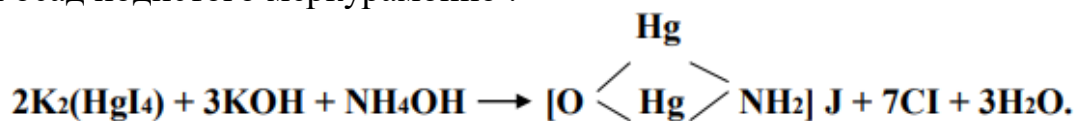
Залежно від кількості сірководню краплина лужного розчину плюмбуму ацетату забарвлюється у світло-бурий або чорний колір.

**Дослід 5. Визначення рН.** Визначення рН м'яса, а також реакцію за Несслером на зв'язаний аміак виконують у спеціально приготовленій із м'яса водної витяжки. Для цього з різних місць досліджуваного зразка м'яса, позбавленого жиру та сполучної тканини, відбирають наважку масою 10 г, яку потім розрізають на 30-40 шматочків і кладуть у конічну колбу місткістю 250 мл. У колбу наливають 100 мл попередньо перевареної і охолодженої дистильованої води та настоюють м'ясо протягом 15 хв, періодично перемішуючи його. Одержану витяжку фільтрують через паперовий складчастий фільтр.

М'ясо щойно забитої тварини має рН 6,6 – 6,8. Молочна кислота та кислі фосфати, які утворюються під час визрівання м'яса, знижують рН до 5,8. З накопиченням у м'ясі аміаку його рН знову підвищується.

Для визначення величини концентрації водневих іонів використовують потенціометричний метод.

**Дослід 6. Реакція на аміак за Несслером.** Під час розкладання білків м'яса виділяється аміак або амоній солі, які утворюють із ртутними солями складні меркур-амідні сполуки, що забарвлюють розчин у жовтий колір. Значна кількість аміаку і амонійних солей під час взаємодії із ртутними солями утворює червоно-бурий осад йодистого меркурамонію:



**Техніка визначення.** У пробірку наливають 1 мл м'ясної витяжки і додають по краплинах (від 1 до 10) реактив Несслера. Після додання кожної краплини пробірку струшують і спостерігають за зміною кольору і прозорістю витяжки.

При доданні до витяжки із свіжого м'яса 10 крапель реактиву Несслера пожовтіння і помутніння не спостерігаються.

У витяжці із м'яса, підозрілого щодо свіжості, пожовтіння і слабке помутніння спостерігають після додання 6 і більше крапель реактиву Несслера. У наслідок відстоювання протягом 20 хв помутнілої витяжки на дні пробірки з'являється незначний осад.

**Метод визначення вмісту нітритів у м'ясних виробках**(ГОСТ 8558.1-78 «Продукти мясные. Методи определения нитрата»).

Цей стандарт поширюється на м'ясні продукти всіх видів, при виготовленні

яких застосовують нітрит.

Перший метод заснований на реакції нітриту з N-(1-нафтил)-етилендіамін дигідрохлоридом і сільфаніламідом у безбілковому фільтраті та подальшому фотоколориметричному або візуальному визначенні інтенсивності забарвлення. Другий метод заснований на реакції Грися

У разі підготовки проби до визначення нітритів із ковбасних виробів знімають оболонку, з окістя, корейки і грудинки – верхній шар шпику. Пробу подрібнюють на м'ясорубці, кладуть у банку і закривають кришкою.

**Дослід 7. Метод, оснований на реакції с реактивом N-(1-нафтил)-етилендіамин дигидрохлоридом**

*Техніка визначення*

*Приготування розчинів для осадження білків*

**Реактив Карреза № 1.** У мірну колбу на 1000 см<sup>3</sup> кладуть 106 г залізо-синьородистого калію, розчиняють у дистильованій воді і доводять об'єм до позначки. Реактив зберігають у склянці із темного скла не більш як 1 місяць.

**Визначити** концентрацію отриманого розчину.

---

**Реактив Карреза № 2.** У мірну колбу на 1000 см<sup>3</sup> кладуть 220 г цинку ацетату та 30 см<sup>3</sup> ацетатної кислоти льодової, розчиняють у дистильованій воді і доводять об'єм до позначки. Реактив зберігають не більш як 1 місяць.

**Визначити** концентрацію отриманого розчину.

---

**Насичений розчин бури.** 50 г натрію тетраборату розчиняють у 1000 см<sup>3</sup> теплої дистильованої води і охолоджують до температури 20°C .

**Визначити** концентрацію отриманого розчину.

---

*Приготування розчинів для проведення колірної реакції.*

**Розчин № 1.** 2 г сульфаніламід у розчиняють у 800 см<sup>3</sup> гарячої дистильованої води. Охолоджують до кімнатної температури, фільтрують, додають, перемішуючи, 100 см<sup>3</sup> концентрованої хлоридної кислоти (37% HCl і має густину 1,19 г/см<sup>3</sup>) і доводять об'єм до 1000 см<sup>3</sup>.

**Визначити** концентрацію отриманого розчину.

---

**Розчин № 2.** У мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup> наливають 400 см<sup>3</sup> дистильованої води і 445 см<sup>3</sup> концентрованої хлоридної кислоти (37% HCl і має густину 1,19 г/см<sup>3</sup>). Об'єм доводять до 1000 см<sup>3</sup> і змішують.

**Визначити** концентрацію отриманого розчину.

---

**Розчин № 3.** У мірну колбу місткістю 250 см<sup>3</sup> вносять 0,25 г N – (1-нафтил) – етилендіамін дигідрохлориду, розчиняють у дистильованій воді і об'єм рідини доводять до позначки. Розчин зберігають у склянці з темного скла в холодильнику не більш як 1 місяць.

**Визначити** концентрацію отриманого розчину.

---



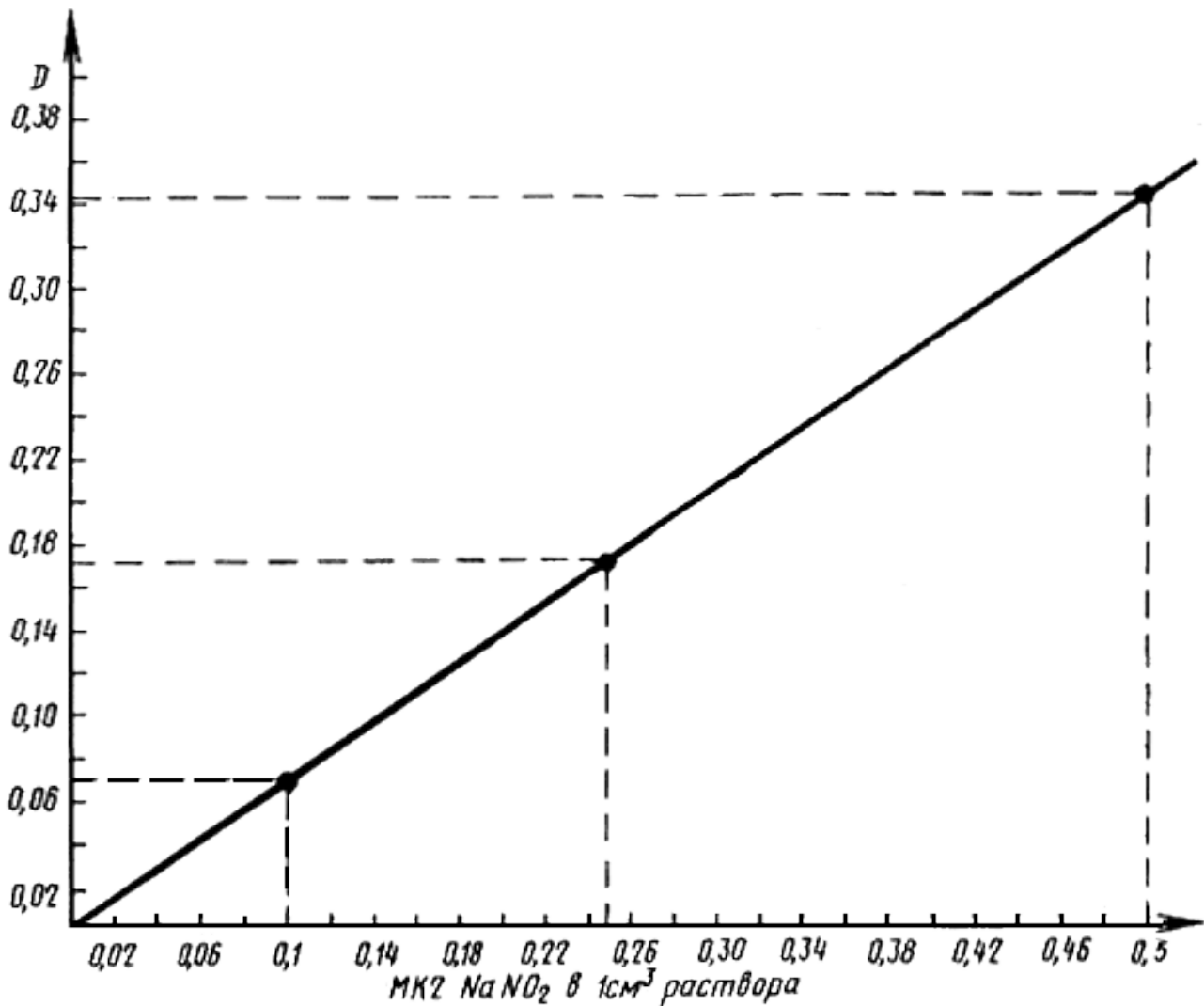
**Приготування стандартних розчинів натрію нітриту.** Для приготування основного розчину необхідно взяти стільки реактиву, щоб у ньому містилося точно 1 г нітриту. Для хімічно чистого 99% реактиву така наважка становить 1,0101 г. Цю кількість реактиву переносять кількісно в мірну колбу місткістю 500 см<sup>3</sup>, розчиняють у дистильованій воді, об'єм доводять до позначки і змішують.

Для одержання робочого розчину 25 см<sup>3</sup> основного розчину переносять до мірної колби місткістю 1000 см<sup>3</sup>, доводять до позначки дистильованою водою і змішують. З цього робочого розчину готують серію стандартних розчинів. Для цього у 3 мірні колби місткістю 100 см<sup>3</sup> послідовно вносять 2; 5 і 10 см<sup>3</sup> робочого розчину. Об'єм доводять до позначки і перемішують. Одержані стандартні розчини містять в 1 см<sup>3</sup> відповідно 1; 2,5 та 5 мкг натрію нітриту. Рекомендують готувати 3 серії стандартних розчинів, починаючи кожного разу з приготування основного.

**Побудова градуйованого графіка.** У 4 мірні колби місткістю 100 см<sup>3</sup> піпеткою вносять у першу колбу 10 см<sup>3</sup> дистильованої води (контрольний розчин), а в інші по 10 см<sup>3</sup> стандартних розчинів, які містять 1; 2,5 та 5 мкг натрію нітриту 1 см<sup>3</sup> розчину. У кожну колбу додають по 50 см<sup>3</sup> дистильованої води, по 10 см<sup>3</sup> розчину № 1 та по 6 см<sup>3</sup> розчину № 2 для проведення колірної реакції. Розчин в колбах перемішують і витримують в темному місці 5 хвилин. Додають по 2 см<sup>3</sup> розчину № 3 для проведення колірної реакції, змішують і витримують у темному місці за температури 20°C 3 хв. У цьому разі з'являється червоне забарвлення в колбах із стандартним розчином натрію нітриту. Розчин в колбах доводять до позначки дистильованою водою і змішують. Вимірюють інтенсивність червоного забарвлення на спектрофотометрі за довжини хвилі 538 нм або на фотоелектроколориметрі із зеленим світлофільтром у кюветі з шаром, який поглинає світло, завтовшки 1 см відносно контрольного розчину. Спираючись на одержані данні будують на міліметровому папері градуйований графік. На вісі абсцис відкладають величину концентрації натрію нітриту ( у мкг на 1 см<sup>3</sup> забарвленого розчину). На вісі ординат відкладають величину відповідної оптичної густини.

**Проведення аналізу.** У мірну колбу місткістю 200 см<sup>3</sup> кладуть 10 г подрібненої проби, наливають 5 см<sup>3</sup> насиченого розчину бури та 100 см<sup>3</sup> дистильованої води за температури 75°C. Колбу нагрівають на киплячій водяній бані протягом 15 хв, періодично струшуючи. Потім охолоджують до температури 20°C і, ретельно перемішуючи, додають по 2 см<sup>3</sup> реактивів Карреза № 1 та № 2. Доводять до позначки дистильованою водою і витримують 30 хв. Потім вміст колби фільтрують через паперовий фільтр. Одержують безбілковий фільтрат. 20 см<sup>3</sup> фільтрату вносять у мірну колбу місткістю 100 мл, вливають 50 см<sup>3</sup> дистильованої води, 10 см<sup>3</sup> розчину № 1 та 6 см<sup>3</sup> розчину № 2 для проведення колірної реакції.

Розчин перемішують і витримують у темному місці 5 хв. Потім добавляють 2 см<sup>3</sup> розчину № 3, змішують, витримують у темряві за температури 20 °C протягом 3 хв. Розчин у колбі доводять до позначки дистильованою водою, змішують і колориметрують, як зазначено для стандартних розчинів



**Рис.8.1** Градуированный график для визначення вмісту нітриту за допомогою фотоелектроколориметра марки ФЕК-56 із зеленим світлофільтром № 6, кювета 1 см.

Вміст натрію нітриту на 100 г продукту вираховують за формулою :

$$X = \frac{C \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{M \cdot a \cdot 1000} = \frac{C \cdot 2000}{M \cdot a}$$

де  $X$  – кількість натрію нітриту, мг ;

$C$  – вміст нітрату в  $1\text{ см}^3$  забарвленого розчину, знайдене на градуйованому графіку, мкг ;

$M$  – наважка продукту, г ;

1000 – перерахунок на міліграми ;

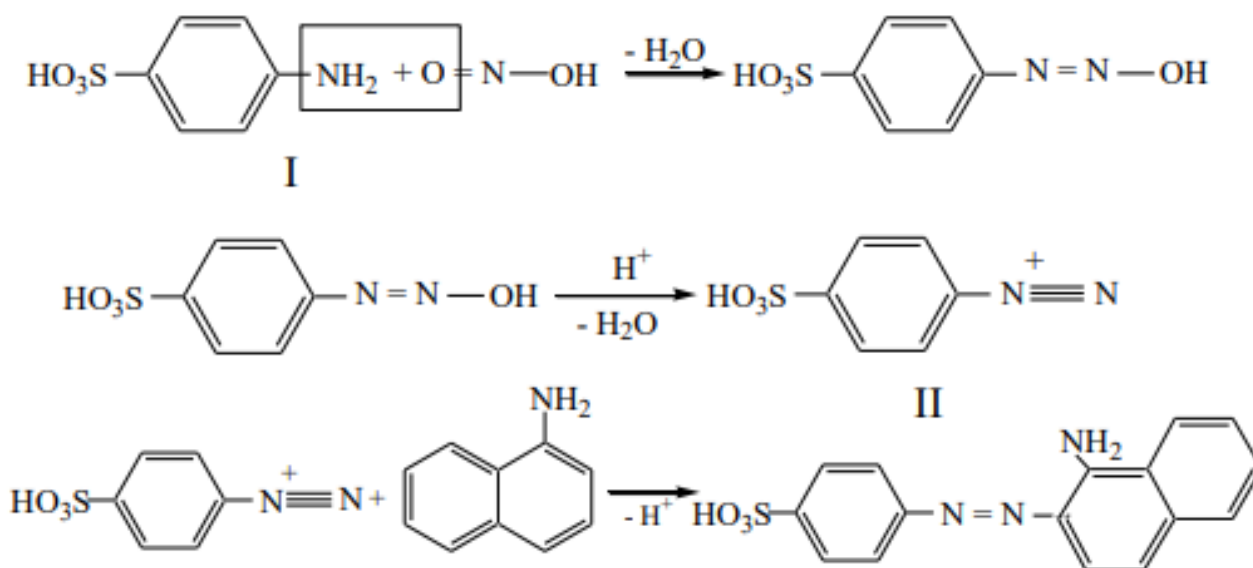
$a$  – кількість фільтрату, необхідна для колориметрування,  $\text{см}^3$ .

### Дослід 8. Метод заснований на реакції Гриса

**Обладнання та реактиви:**  $\text{NaNO}_2$  (х.ч.); крижана оцтова кислота; 1%-й розчин сульфанілової кислоти; 0,1%-й розчин  $\alpha$  – нафтиламіну;  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{NaOH}$  (0,1 моль/л); спектрофотометр, кювети з товщиною поглинаючого шару

10 мм, електронні ваги, мірні колби на 50 см<sup>3</sup> і 100 см<sup>3</sup>, піпетки об'ємом на 1,0; 2,0; 5,0 та 10,0 см<sup>3</sup>, скляні палички, лійки, фільтрувальний папір.

В основі методу лежить забарвлення розчинів, що містять нітрит-аніон, в рожево-червоний колір різної інтенсивності в залежності від концентрації нітриту під дією так званого реактиву Грісса–Ілосвая. Рожеве забарвлення є характерним для хромофорів, що утворюються під дією реактиву Грісса–Ілосвая. Ці хромофори – діазосполуки, що характеризуються наявністю в молекулі азогрупи –N=N–, яка зв'язує ароматичні або гетероциклічні сполуки між собою. І стадія являє собою діазотування сульфанілової кислоти (I) нітритами, а на першій стадії відбувається азосполучення діазосполуки (II) з  $\alpha$ -нафтиламином в орто- або пара- положення. Хімізм процесу виражається рівняннями:



Нижня межа визначення 0,003 мг/л нітритів. При вмісті нітритів понад 0,5 мг/л пробу треба розбавляти водою. Відносна похибка визначення  $\pm 5\%$ .

### Хід роботи

#### 1. Приготування розчинів та підготовка до аналізу

1.1. *Приготування основного стандартного розчину нітритів.* 1,5 г нітриту натрію NaNO<sub>2</sub> розчиняють у мірній колбі місткістю 1 л у невеликій кількості дистильованої води, а потім доводять водою до мітки та перемішують. У 1 мл цього розчину міститься 1 мг нітритів.

**Визначити** масову частку солі в отриманого розчину.

1.2. *Приготування робочого стандартного розчину нітритів.* 1 мл основного стандартного розчину переносять у мірну колбу місткістю 1 л, доводять об'єм водою до мітки та перемішують. У 1 мл цього розчину міститься 0,001 мг нітритів. Для проведення аналізу використовують свіжоприготовлений розчин.

## **Визначити масову частку солі в отриманого розчину.**

---

1.3. Приготування оцтової кислоти з масовою часткою 12%. 25 мл крижаної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою до об'єму 200 мл.

1.4. Приготування реактиву Грісса. Для отримання реактиву готують два розчини: 1% -й розчин сульфанілової кислоти у 12% -му розчині оцтової кислоти (Розчин А) -100мл; і 0,1% -й розчин  $\alpha$  - нафтиламіну у 12%-му розчині оцтової кислоти (Розчин Б) 100мл. Перед використанням реактиву змішують рівні об'єми розчинів А і Б.

### **2. Підготовка проби м'ясопродукту.**

2.1. Приготування водної витяжки з м'ясопродукту. У хімічній склянці зважують наважку подрібненого м'ясопродукту масою близько 5 г з похибкою не більше ніж 0,001 г, наливають 30-40 мл дистильованої води, підігрітої до 60°C, перемішують протягом 10 хв. Суміш відстоюють протягом часу, достатнього для того, щоб над осадом утворилась водна витяжка м'ясопродукту.

2.2. Осадження білків. Водну витяжку переносять у мірну колбу місткістю 50 мл, доводять об'єм до мітки, змиваючи залишки наважки. Перемішують. У хімічну склянку відміряють піпеткою 20 мл підготовленої водної витяжки, додаються 10 мл розчину гідроксиду калію (або натрію) з молярною концентрацією 0,1 моль/л і 40 мл насиченого розчину сульфату цинку ( $ZnSO_4$ ) перемішують.

Нагрівають склянку з розчином на водяній бані за температури 100°C протягом 7 – 8 хв. Охолоджують розчин, фільтрують його у мірну колбу місткістю 100 мл, додають 4 мл реактиву Грісса та доводять до мітки. Перемішують, одержують підготовлену пробу. Через 30 – 40 хвилин оптичну густину вимірюють при 526 нм в кюветі на 10 мм (розчин порівняння – холостий розчин).

**3. Побудова калібрувальної кривої.** Для побудови якої у мірні колби на 50 см<sup>3</sup> вносять 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15 та 25 см<sup>3</sup> стандартного розчину (0,001 мг  $NO_2^-/см^3$ ), до кожної проби додають 2 см<sup>3</sup> розчину реактиву Грісса, доводять об'єм водою до мітки, закривають пробкою і ретельно перемішують. В одержаних розчинах концентрація нітритів у перерахунку на досліджувану пробу дорівнює 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,3 та 0,5 мг  $NO_2^-/дм^3$ .

Оптичну густину приготованих розчинів вимірюють через 30 – 40 хвилин на спектрофотометрі, використовуючи світлофільтр із довжиною хвилі ( $\lambda = 526$  нм) у кюветах із товщиною поглинаючого світлошару 10 мм. У якості розчину порівняння використовують холостий розчин. За отриманими даними, будують калібрувальний графік – залежність оптичної густини від початкової концентрації розчину порівняння (со, мг  $NO_2^-/дм^3$ )

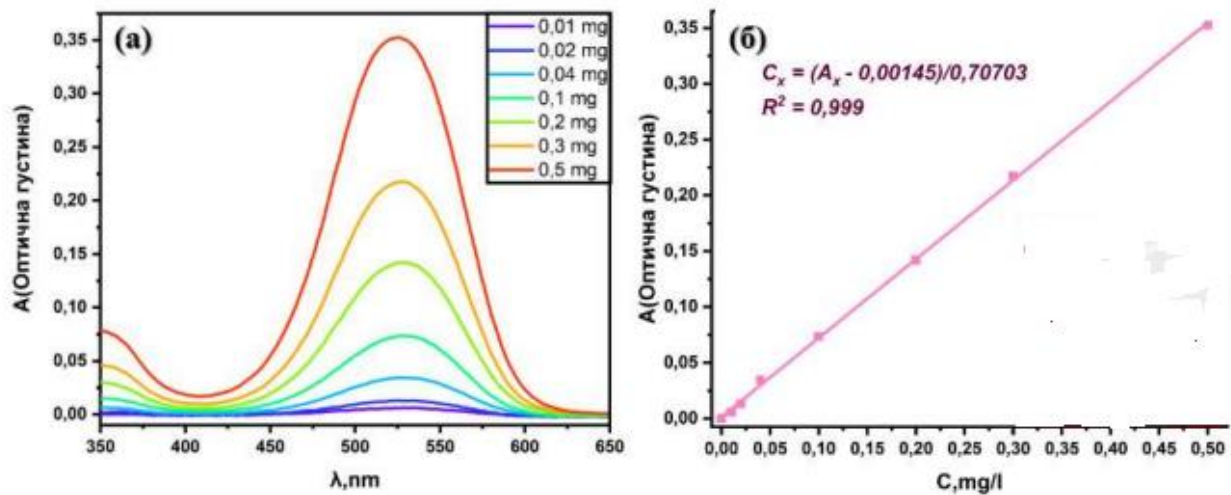


Рис.8.2. а) залежність оптичної густини еталонних розчинів від довжини хвилі випромінювання; б) калібрувальний графік для визначення концентрації нітритів (мг/л).

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації іонів  $\text{NO}_2$  – від оптичної густини розчину, враховуючи розведення ( $K_p = V_k / V_a$ ):

$$C_x = \frac{A_x - 0,00145}{0,70703} \cdot K_p$$

Оброблення та оформлення результатів аналізу. Масова частку нітритів  $\omega$  у досліджуваному м'ясопродукті розраховують за формулою:

$$\omega = (100 \cdot C_x \cdot 100) / (1000 \cdot m), \text{ мг в } 100 \text{ г м'ясопродукту}$$

де  $m$  – наважка продукту, г;

$C_x$  – вміст нітритів, що визначають у мг/л, розраховують за формулою

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне значення двох паралельних вимірювань, якщо розбіжність між ними не перевищує 10%.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №9

### Визначення залишків пестицидів в продуктах харчування рослинного походження.

Хіміко-токсикологічний аналіз продуктів харчування рослинного походження на фосфорорганічні пестициди оснований на екстракції фосфорорганічних сполук (ФОС) органічним розчинником, руйнуванні молекули ФОС (проводять мінералізацію, тобто переводять органічно зв'язаний фосфор до фосфат-іону), проведенні якісних реакцій.

**Мета роботи:** визначити вміст пестицидів у витяжках харчових продуктів.

### Дослід 1. Виділення токсикантів з харчової сировини полярними розчинниками

**Мета роботи:** ознайомитися з методами виділення токсичних речовин з продуктів харчування. Оволодіти прийомами виділення токсикантів полярними розчинниками.

Процес, при якому за допомогою розчинника із суміші речовин виділяють одну речовину, називається екстрагуванням (або екстракцією). Цей метод основний на різній розчинності твердих речовин, що знаходяться в суміші в одному і тому ж розчиннику. Речовина, яку потрібно екстрагувати, повинна добре розчинятися в підбраному розчиннику, тому при екстрагуванні вирішальне значення має вдалий вибір розчинника.

В хімічній лабораторії найчастіше проводять екстракцію із водних розчинів, яка полягає в тому, що розчин, в якому знаходиться речовина, що треба виділити, змішують зі свіжим розчинником, що не змішується з водою, але розчиняє речовину, і струшують у ділительній лійці.

Для екстракції органічних речовин з водного розчину часто використовують діетиловий і петролейний ефіри, бензин, бензен, хлороформ, тетрахлорометан тощо. Речовини, які у воді погано розчиняються, як правило, екстрагують петролейним ефіром, бензином або тетрахлорометаном, а речовини, що краще розчиняються у воді – діетиловим ефіром, бензеном або етилацетатом.

#### **Техніка проведення екстрагування:**

Перед початком роботи верхню пришліфовану пробку і нижній кран ділительної лійки (рис. 9.1) змащують вазеліном. Потім переконавшись, що кран закритий, виливають у ділительну лійку водний розчин, із якого необхідно екстрагувати речовину і добавляють свіжого розчинника (від  $\frac{1}{5}$  до  $\frac{1}{3}$  об'єму водного розчину), при цьому слідкують, щоб кількість рідини в лійці не перевищувала  $\frac{2}{3}$  її об'єму. Ділительну лійку закривають пробкою і тримають двома руками таким чином: нижній тонкий вихід ділительної лійки нижче крана розміщують між вказівним і середнім пальцями лівої руки, а великим пальцем лівої руки притримують кран.

Верх ділительної лійки пробкою впирають в центр долоні правої руки і, тримаючи міцно таким чином, ділительну лійку обережно струшують, перевертаючи її вверх-вниз протягом 5 – 15 хвилин

*Не рекомендується енергійно струшувати вміст ділительної лійки (перевертати лійку вверх-вниз), оскільки при цьому можливе утворення стійкої емульсії, яка погано розшиаровується і затримує проведення процесу екстрагування.*

При струшуванні, особливо з низькокиплячими розчинниками збільшується

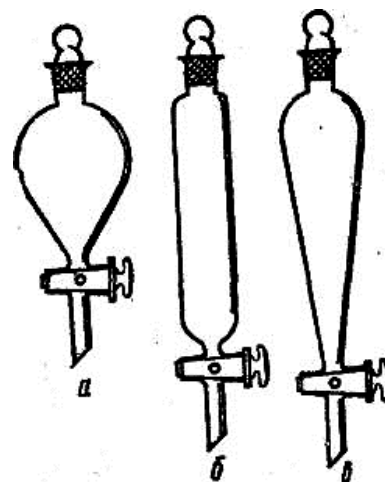


Рис. 9.1. Ділительні лійки з пришліфованими пробками:

а – колбоподібна;

б – циліндрична;

в – конічна

тиск всередині лійки. Це відбувається внаслідок випаровування розчинника або виділення інших газів, тому на початку екстрагування після 2 – 3 струшувань, а далі через 5 – 6 струшувань для вирівнювання тиску відкривають кран, тримаючи ділильну лійку в вертикальному положенні вгору краном.

Закінчивши струшування, ділильну лійку закріплюють у штативі і дають суміші повністю розшаруватися на два шари. Якщо на межі поділу фаз утворилася стійка емульсія, що затримує процес розшарування, рекомендують ввести кілька краплин етилового або бутилового спирту. Прискоренню розшарування рідин сприяє також насичення водного шару неорганічними солями (хлорид натрію, сульфат амонію та ін.). Насичення водного розчину зменшує розчинність діетилового ефіру та інших розчинників у воді, що прискорює розділення шарів та зменшує втрати розчинників. Щоб позбутися стійких емульсій, проводять фільтрування суміші рідин під вакуумом. При цьому відфільтровують дрібний осад, який спричинює утворення стійких емульсій.

Після розшарування виймають пробку й обережно повертаючи кран зливають повільно нижній шар у колбу або стакан, слідкуючи за тим, щоб разом з нижнім шаром не злити і частину верхнього. Верхній шар виливають через шийку лійки у приймач.

Для більш повного виділення речовини, яку екстрагують, відділений водний шар переносять знову в ділильну лійку, додають свіжого розчинника і все повторюють так як і першого разу. Одноразове екстрагування великою кількістю розчинника дає гірші результати, ніж багаторазове повторне екстрагування невеликими порціями свіжого розчинника.

При багаторазовому екстрагуванні всі екстракти об'єднують, сушать, відганяють розчинник. Після відгонки розчинника в перегонній колбі одержують речовину, яку екстрагували. Вона підлягає очищенню відомими методами (найчастіше перекристалізацією або перегонкою).

**Дослід.2. Виділення фосфорорганічних пестицидів з продуктів харчування рослинного походження.**

*Реактиви:* продукти рослинного походження (зерно, овочі, борошно тощо); етиловий спирт; ацетон; дистильована вода; хлороформ; 25 %-й розчин хлориду натрію; щавлева кислота; активоване вугілля; безводний сульфат натрію.

*Обладнання:* плоскодонні колби місткістю 100 – 150 мл та 250 – 300 мл, фарфорова чашка, ділильна лійка, водяна баня, фільтрувальний папір.

#### ***Хід роботи.***

15 г зерна (або овочів) подрібнюють, поміщують в колбу місткістю 250 – 300 мл з притертою пробкою, заливають трикратною кількістю (40 мл) суміші ацетону, етанолу та дистильованої води (в співвідношенні 2:2:1), перемішують, підкислюють кристалічною щавлевою кислотою до рН 4,5 по універсальному індикатору (~5г щавлевої кислоти) та відстоюють при безперервному перемішуванні протягом 2 годин.

Після відстоювання рідину над осадом фільтрують скрізь фільтрувальний папір в фарфорову чашку та упарюють на водяній бані вдвічі. Залишок поміщують в ділильну лійку, додають 15 мл хлороформу, 30 мл 25 %-го розчину

NaCl, струшують 5 хвилин. Після відстоювання хлороформний шар зливають в колбу місткістю 100 – 150 мл, а водний залишок в ділильній лійці ще двічі екстрагують, додаючи по 10 мл хлороформу. Об'єднані хлороформні витяжки обезбарвлюють активованим вугіллям та фільтрують скрізь фільтрувальний папір з безводним сульфатом натрію в суху конічну колбу з притертою пробкою.

### **Дослід 3 Визначення вмісту ДДТ у зерні.**

Зерна (10 г) кладуть у колбу, заливають 10 мл бензолу і збовтують протягом 10 хв.

Екстракт переносять у пробірку, нагрівають упродовж 5 хв на водяній бані за температури 66°C, додають 0,5 г безводного алюмінію хлориду і нагрівають на водяній бані за температури 66°C протягом 1 год. Після нагрівання у пробірку доливають 3 см<sup>3</sup> дистильованої води. Якщо в досліджуваній пробі міститься менш як 2 мкг ДДТ, бензольний розчин забарвлюється у блідо- жовтий колір. Залежно від концентрації ДДТ у досліджуваних пробах колір бензольного розчину змінюється від світло-жовтого до інтенсивного оранжевого. За наявності 5 мкг ДДТ у пробі жовте забарвлення розчину з'являється вже у разі додання алюмінію хлориду. Бензольний розчин після нагрівання забарвлюється в оранжевий колір

### **Дослід 4 Визначення залишків хлорорганічних пестицидів методом тонкошарової хроматографії.**

Метод заснований на виділенні хлоровмісних сполук з досліджуваної проби органічним розчинником (*n*-гексаном). За допомогою якісних реакцій встановлюється наявність хлорорганічних сполук та здійснюється їх подальше хроматографування на хроматографічних пластинках. Рухомим розчинником служить *n*-гексан. Плями речовин виявляють після оприскування пластинок аміачним розчином оксиду срібла в ацетоні при опромінюванні ультрафіолетовим світлом. Кількісне визначення проводять шляхом візуального визначення або шляхом вимірювання площ плям проби і стандартних розчинів.

*Прилади, посуд, реактиви:*

- досліджувані зразки продуктів;
- сито з діаметром вічок 0,5 – 1 мм;
- конічна колба з притертим корком, об'ємом 250 мл;
- порцелянова чашка;
- фільтри;
- папір хроматографічний або пластини «Sorbfil»;
- камера для хроматографії;
- хроматоскоп;
- *n*-гексан;
- стандартні розчини досліджуваних препаратів (ГХЦГ, ДДТ) в *n*-гексані;
- проявляючий розчин (аміакат срібла в ацетоні).

### **Хід роботи**

*Підготовка проявляючого розчину.* 0,5 г нітрату срібла розчиняють в 5 мл дистильованої води. До цього розчину додають 5 мл концентрованого аміаку, а потім об'єм рідини доводять ацетоном до 100 мл.

*Екстракція хлорорганічних сполук з продуктів харчування.* Для аналізу



беруть овочі, борошно, тощо, в кількості 50 – 100 г, їх подрібнюють, добре просушують і просіюють через сито з діаметром вічок 0,5 – 1 мм.

Пробу вносять в колбу з притертим корком і заливають *n*-гексаном, щоб шар проби був повністю покритий розчинником. Пробу з розчинником енергійно струшують протягом 30 хвилин, після чого фільтрують через паперовий фільтр у порцелянову чашку діаметром 10 см. Зразок промивають 2 – 3 рази гексаном, збираючи весь фільтрат в чашку.

*Підготовка проби.* Фільтрат, що зібрали, випаровують на повітрі у витяжній шафі досуха. Висушену пробу досліджують методом тонкошарової хроматографії. Для цього перед початком аналізу до висушеної проби додають 0,1 – 0,5 мл гексану та розчиняють висушений осад, при цьому отримують робочий розчин.

*Хроматографування.* На хроматографічний папір, на відстані 1,5 см від краю, за допомогою шприца або піпетки, наносять одну краплю досліджуваної проби, так щоб діаметр плями не перевищував 3 мм.

Осад з чашки з екстрактом 3 рази змивають невеликими (0,2 мл) порціями гексану, які потім наносять на пластинку, в центр першої плями. Справа і зліва від проби на відстані 2 см, наносять стандартні розчини досліджуваних препаратів, що містять 1 і 10 мкг (0,001 і 0,01 міліграм) препарату. Пластинку з нанесеними розчинами поміщають у камеру для хроматографування заздалегідь насичену парами гексану. Край пластинки з нанесеними розчинами може бути занурений в рухомий розчинник не більше ніж на 0,5 см. Після того, як фронт розчинника підніметься на 10 см, пластинку виймають з камери і залишають на декілька хвилин для випаровування розчинника. Потім пластинку обприскують проявляючим розчином і протягом 10 – 15 хвилин опромінюють УФ-світлом. Пластинку слід розташовувати на відстані 20 см від джерела світла.

За наявності хлорорганічних пестицидів на пластинці проявляються плями сіро-чорного кольору. Кількісне визначення проводять шляхом порівняння розміру плям проби з розміром плям стандартних розчинів.

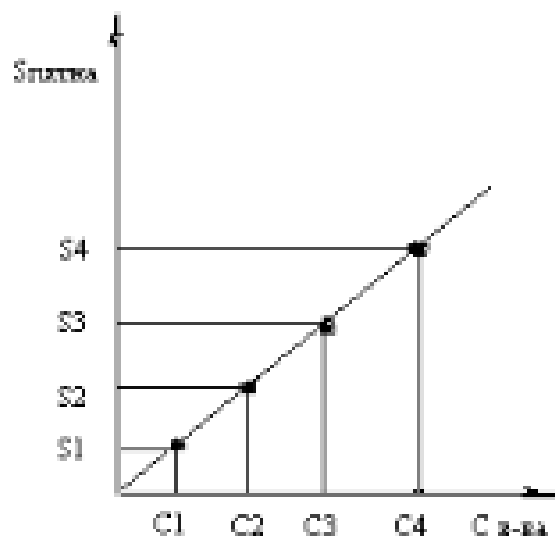
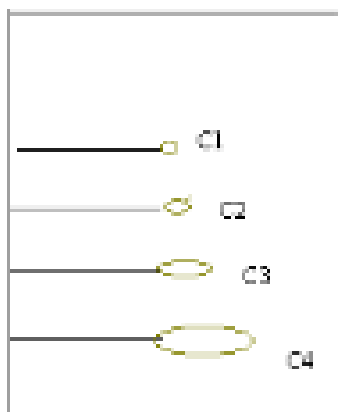


Рис. 9.1 Градувальний графік

*Розрахунок результатів* аналізу проводять по формулі:

$$X = \frac{C \cdot S_2}{S_1 \cdot B} \text{ мг/кг}$$

де, X - вміст хлорорганічних пестицидів в аналізованій пробі, мг/кг;

C – содержание препарата в стандартном растворе, мкг;

S<sub>1</sub> – площа пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup> ;

S<sub>2</sub> – площа пятна пробы, мм<sup>2</sup>

B - маса наважки продукту, що досліджується мг.

### **Дослід 5. Якісна реакція на хлорофос та дихлофос.**

*Прилади, посуд, реактиви:*

- колба місткістю 150 мл;
- пробірки;
- водяна баня;
- фільтрувальний папір;
- скляна лійка;
- 10 %-ний водний розчин NaOH;
- молібдат амонію;
- концентрована нітратна кислота;

### **Хід роботи**

*Підготовка проби.* Харчові продукти рослинного походження (овочі, борошно, тощо) – 20 г, подрібнюють та екстрагують 20 хв в 100 мл води.

*Виконання аналізу.* Реакція на присутність іонів фосфатної кислоти проводиться таким чином: у пробірку наливають 1 мл екстракту досліджуваного матеріалу, додають декілька крапель 10 %-ного розчину NaOH і кип'ятять 2 – 3 хв. Після охолодження розчин фільтрують і до фільтрату додають такий самий об'єм молібденового реактиву (молібденовий реактив готується перемішуванням 15 %-го розчину молібдату амонію з концентрованою нітратною кислотою у співвідношенні 11:9). Після цього при наявності у фільтраті хлорофосу чи дихлофосу розчин жовтіє, а при нагріванні випадає невеликий осад жовтого кольору.

### **Дослід 6. Визначення хлорофосу у воді та рослинних харчових продуктах методом тонкошарової хроматографії.**

Метод заснований на екстракції хлорофосу з проби водою, та подальшій екстракції хлорофосу з води органічним розчинником і хроматографуванні на хроматографічній пластинці «Sorbfil».

*Прилади, посуд, реактиви:*

- колба місткістю 150 мл;
- ділильна лійка;
- хроматографічні пластинки «Sorbfil»;

- камера для хроматографування;
- водяна баня;
- фільтрувальний папір;
- скляна лійка;
- хлороформ;
- бензол;
- *n*-гексан
- ацетон;
- 1% розчин резорцину в 10 % розчині КОН;
- безводний Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>;

### Хід роботи

*Підготовка проби.* Харчові продукти рослинного походження (овочі, борошно, тощо) – 20 г, подрібнюють та екстрагують 20 хв. в 100 мл води, другий раз в 70 мл води. Водні розчини об'єднують в ділильній лійці, екстрагують тричі хлороформом по 50 мл, витяжки зневоднюють безводним сульфатом натрію, фільтрують і випаровують.

*Виконання аналізу.* Сухий залишок розчиняють у 0,2 – 0,5 мл хлороформу, наносять на пластинку «Sorbfil» та хроматографують. Край пластинки з нанесеними розчинами повинен бути занурений у розчинник – бензол не більше ніж на 0,5 см.

Після того, як фронт розчинника підніметься на 10 см, пластинку виймають з камери та залишають на декілька хвилин для випаровування розчинника. Пластинку знову поміщають у камеру для хроматографування з розчинником (суміш гексану з ацетоном 1:1) і хроматографують, як вказано вище. Висушену пластинку обприскують проявляючим реактивом (1 % розчин резорцину в 10 % розчині КОН) і поміщають на кілька хвилин у сушильну шафу при температурі 100°C до появи оранжево-червоних плям

*Розрахунок результатів аналізу* проводять по формулі:

$$X = \frac{C \cdot S_2}{S_1 \cdot B} \text{ мг/кг}$$

де, X - вміст хлорорганічних пестицидів в аналізованій пробі, мг/кг;

C – содержание препарата в стандартном растворе, мкг;

S<sub>1</sub> – площа пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup> ;

S<sub>2</sub> – площа пятна пробы, мм<sup>2</sup>

B - маса наважки продукту, що досліджується мг.

### ЗАВДАННЯ

Використовуючи Державні санітарні правила та норми ДСанПіН 8.8.1.2.3.4-000-2001 «Допустимі дози, концентрації, кількості та рівні вмісту пестицидів у сільськогосподарській сировині, харчових продуктах, повітрі робочої зони, атмосферному повітрі, воді водоймищ, ґрунті», виписати у таблицю 10 пестицидів (<https://zakon.rada.gov.ua/rada/show/v0137588-01/print>).

Таблиця 9.1

№	Назва діючої речовини	Назва препарату % діючої речовини	ДДД, мг/кг	МДР, мг/кг для с/г сировини, та харчових продуктах	Метод визначення
1	Аверсектин	Фітоверм, 0,2%	0,08	Картопля – недопускається Огірки – 0.05	ВЕРХ(високоєфективна рідинна хроматографія)

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 10

### Визначення вмісту фенолів у копчених виробах

**Мета роботи:** визначити вміст фенолу в копченій ковбасі, шпандері, шинці тощо.

Висока якість рибних та м'ясних продуктів, у тому числі ковбас, а також можливість їх тривалого зберігання досягається копченням. Дим утворюється при неповному згоранні будь-якого органічного матеріалу. Дим для копчення спеціально отримують неповним спалюванням деревини переважно листяних порід - буку, дуба, вільхи та клену. Використовується також більш екзотична деревина (гікорі), а також гілки, тріски, тирса або шишки хвойних порід, часто з додаванням прянощів. Залежно від температури диму розрізняють холодне, тепле та гаряче копчення.

При холодному копченні, охолоджений до кімнатної температури, дим протягом тижня (тривале копчення) або декількох днів (прискорене копчення) контактує з харчовим продуктом. Холодному копченню переважно піддають заздалегідь посолені або підсушені харчові продукти, наприклад, сиру ковбасу. Тепле копчення проводять при температурах від 25 до 50°C, гаряче – від 50 до 100°C. Копчення, звичайно, триває від 0,5 до 3 годин. Залежно від вмісту водяної пари розрізняють сухий та сирий дим, в останньому випадку говорять про сире або парне копчення.

Дим для копчення є аерозолем з крапельок рідини. Загальне число речовин, наявних в димі, оцінюється в 5 – 10 тисяч. Зараз ідентифіковано близько 500 індивідуальних компонентів диму. До складу коптільного диму входять консерванти (альдегіди та феноли), які пригнічують розвиток мікрофлори та знижують інтенсивність окиснення білків та жирів на поверхні продуктів. Ці леткі сполуки утворюються при термічній деструкції природних полімерних сполук – целюлози та лігніну. Однак, деякі сорти дров і тирси, при термічному розпаді, або згоранні в умовах нестачі кисню, виділяють надлишкову кількість летких фенольних сполук. У складі диму знайдені: евгенол, пірокатехін, фенол, о-крезол, гваякол, 2-метокси-4-вінілфенол, 2-метокси-4-пропілфенол. Феноли беруть участь в утворенні смакових і ароматичних властивостей копчених продуктів. При копченні відбувається поглинання фенолів і накопичення їх в

продуктах. Феноли добре розчиняються в жирі. Накопичення фенолів в копчених продуктах має бути зведене до мінімуму, оскільки їх високий вміст небезпечний для здоров'я людини.

Феноли при попаданні в організм викликають задуху, блювання, нудоту, побіління тіла, печію в горлі. Дія високих доз фенолу протягом декількох тижнів приводить до паралічу та завдає серйозної шкоди серцю, ниркам, печінці та легеням, в деяких випадках може привести до смерті.

Надлишок фенолів, навіть на поверхні продукту, негативно діє на організм людини. Споживання продукту, що містить, порівняно, велику кількість фенолу, крезолів (метилфенолів) та гваяколу (*орто*-метоксифенолу), може призвести до отруєння. Вміст цих речовин в м'ясних та рибних копченнях суворо лімітується та контролюється, тому що, навіть, у невеликих кількостях, вони становлять небезпеку для здоров'я людини.

### **Дослід 1 Визначення фенолів у копчених виробах методом спектрофотометрії**

Метод призначений для визначення вмісту фенолів у ковбасах, беконі та інших копченостях. Для одержання м'ясних копченостей вищої якості застосовують тривале холодне копчення коптильним димом. У деревині в значній кількості міститься лігнін, що розкладає під дією температури, у тому числі на гваякол і фенол. Ці речовини надають певних смакових і ароматичних властивостей копченим продуктам. Феноли добре абсорбуються жировими клітинами, тому при копченні відбувається поглинання фенолів і нагромадження їх у м'ясних і рибних продуктах. Вміст фенольних сполук у м'ясних копченостях не нормується, проте вони є досить небезпечними. Нагромадження фенолів у копчених продуктах повинне бути зведене до мінімуму, тому що їх підвищений вміст небезпечний для здоров'я людини. Визначення ґрунтується на одержанні нітрозосполук при взаємодії фенолу з натрій нітритом. Нітрозосполуки утворюють з надлишком аміаку забарвлені в жовтий колір продукти реакції, які легко визначаються фотоколориметричним методом.

#### *Прилади і матеріали:*

- Фотоелектроколориметр.
- Кювети з товщиною поглинаючого шару 3 см.
- Технічні ваги.
- Магнітна мішалка.
- Мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> – 5 шт.
- Мірний циліндр місткістю 150 см<sup>3</sup>.
- Градуйовані піпетки місткістю 1,5 і 10 см<sup>3</sup> – по 1 шт.
- Пробірки місткістю 20 см<sup>3</sup> – 5 шт.
- Конічна колба з пришліфованою пробкою місткістю – 250 см<sup>3</sup>.
- Скляна паличка.
- Стандартний розчин фенолу з концентрацією 1,000 мг/см<sup>3</sup>.
- Розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/дм<sup>3</sup>.
- 25 % розчин сульфатної кислоти 0,45% розчин сульфату цинку.
- 0,05% розчин нітриту.

- 10,0 % розчин аміаку.
- Фільтрувальний папір.

### Хід роботи

**Побудова градувальної кривої.** У мірні колби на 50 мл піпеткою відбирають 2,50; 5,00; 7,50 та 10,00 см<sup>3</sup> стандартного розчину фенолу і доводять до мітки дистильованою водою. У пробірки поміщають по 5,00 см<sup>3</sup> приготованих розчинів фенолу, додають по 1,00 см<sup>3</sup> розчину NaOH, 0,25 см<sup>3</sup> розчину H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> і 2,50 см<sup>3</sup> розчину NaNO<sub>2</sub>. Вміст колб перемішують скляною паличкою, нагрівають на водяній бані до температури кипіння, охолоджують на повітрі та додають у кожну пробірку по 5,00 см<sup>3</sup> розчину NH<sub>4</sub>OH. Забарвлені в жовтий колір розчини ретельно перемішують і через 15 хв заміряють їх оптичну густина при  $\lambda = 400$  нм. Розчин порівняння містить усі компоненти, окрім фенолу. Виміри проводять 2–3 рази. Середні значення оптичної густини записують в таблицю, а потім по отриманих результатах будують градувальну криву в координатах  $A = f(c)$ .

**1) Завдання:** приготувати 50 см<sup>3</sup> розчину фенолу з концентрацією 1,0 мг/см<sup>3</sup>. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---



---



---

**2) Завдання:** приготувати 50 см<sup>3</sup> 10% ( $\rho=0,96$  г/мл) розчину NH<sub>4</sub>OH. В мірну колбу кількісно перенесіть піпеткою попередньо розраховану кількість 25% ( $\rho=0,91$  г/мл) розчину NH<sub>4</sub>OH, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---



---



---

**3) Завдання:** приготувати 25 см<sup>3</sup> ( $\rho=1$  г/мл) 0,45% розчину цинк сульфату. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---



---



---

**4) Завдання:** приготувати 25 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> розчину NaOH. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість NaOH, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---



---



---

**5) Завдання:** приготувати 100 см<sup>3</sup> ( $\rho=1$  г/мл) 0,05% розчину NaNO<sub>2</sub>. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість NaNO<sub>2</sub>, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---



---



---

**Підготовка проби.** У конічну колбу поміщають  $(15 \pm 0,01)$  г подрібненої копченої ковбаси. Додають  $50 \text{ см}^3$  дистильованої води, закривають колбу пробкою і перемішують її вміст протягом 15 хв. Отриманий розчин фільтрують, фільтрат поміщають в мірну колбу і доводять до мітки дистильованою водою. Для осадження білків  $10,00 \text{ см}^3$  отриманого розчину переносять в колбу, додають  $4,00 \text{ см}^3$  розчину сульфату цинку,  $1,00 \text{ см}^3$  розчину NaOH, витримують на водяній бані 5 хв і фільтрують. У колбу поміщають  $5,00 \text{ см}^3$  фільтрату, додають  $0,25 \text{ см}^3$  розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і  $2,50 \text{ см}^3$  розчину  $\text{NaNO}_2$ . Вміст колби перемішують та нагрівають на водяній бані до температури кипіння, а потім охолоджують на повітрі і додають  $5 \text{ см}^3$  розчину  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Оптичну густину забарвленого в жовтий колір розчину виміряють в умовах, прийнятих при побудові градуювальної кривої. Концентрацію фенолу в пробі знаходять по градуювальній кривій.

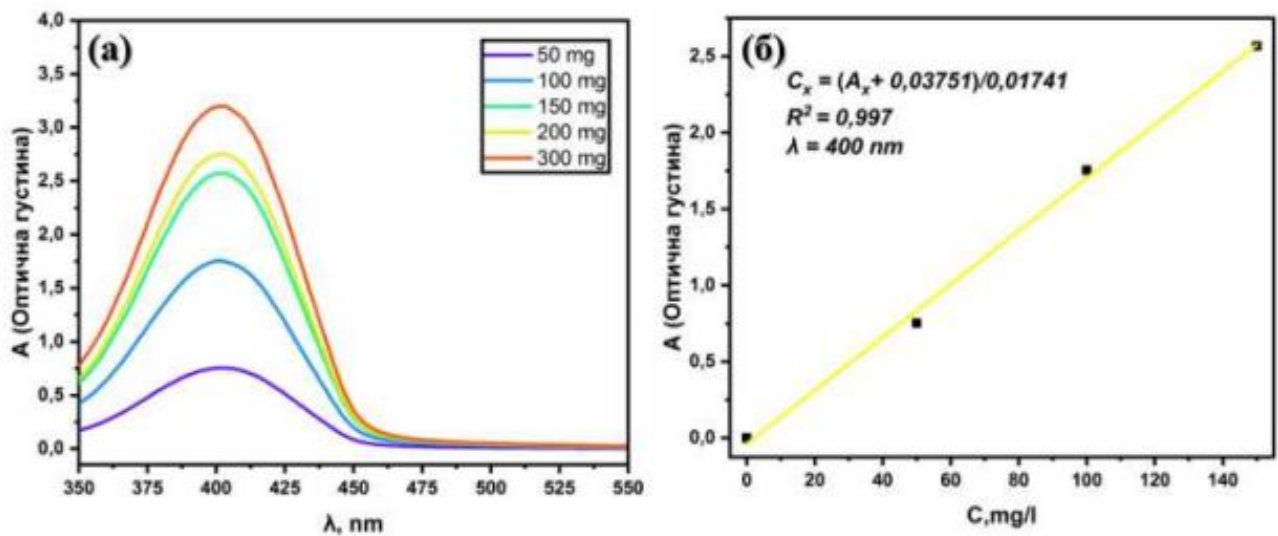


Рис.10.1. а) залежність оптичної густини еталонних розчинів від довжини хвилі випромінювання; б) калібрувальний графік для визначення концентрації фенолу (мг/л)

### Аналіз вмісту фенолів

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації фенолу від оптичної густини розчину (мг/л):

$$C_x = (A_x + 0.03751) / 0.01741 ,$$

Вміст фенолу в пробі ( $\omega$ , мг %) розраховують за формулою:

$$W = \frac{C_x \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000} ,$$

де  $C_x$  – концентрація фенолу у водній витяжці, знайдена за градуювальною кривою, мг/см<sup>3</sup>;

$m$  – маса зваженого аналізованого продукту, г;

$V$  – місткість мірної колби,  $\text{cm}^3$

## **Дослід 2 Визначення фенолів у твердокопчених та сироккопчених ковбасах методом тонкошарової хроматографії**

*Прилади, посуд, реактиви:*

- Хроматографічний папір;
- Ділильна лійка;
- Мікропіпетка;
- Камера для хроматографування;
- Фільтрувальний папір;
- Марля;
- Скляна лійка;
- Суміш метилетил кетон-вода;
- Розчин карбонату натрію;
- Етиловий спирт;
- *n*-бутилацетат;
- Безводний сульфат натрію;
- 50 % розчин NaOH;
- Розчин 4-амінопіридину в етиловому спирті;
- Фенол, гваякол, *o*- крезол, *n*-крезол;
- Зразки ковбас.

### **Хід роботи**

**Підготовка хроматографічного паперу та елюенту.** Хроматографічний папір оброблюють розчином карбонату натрію. Рухому фазу (суміш метилетилкетону у воді в об'ємному співвідношенні 1:1) поміщають в ділильну лійку, струшують та дають відстоятися. Верхній шар використовують як елюент.

**Підготовка проби.** Твердокопчену або сироккопчену ковбасу подрібнюють, зважують наважку 20 г, оброблюють розчином етилового спирту в масовому відношенні 1 : 4 та перемішують в гомогенізаторі на протязі 5 хв. Отриману суміш фільтрують через два шари марлі, потім через паперовий фільтр, переносять в ділильну воронку та екстрагують *n*-бутилацетатом (5 мл), екстракт оброблюють 20 мл 50 % розчину NaOH. Водну фазу відділяють, пропускають крізь неї із балону CO<sub>2</sub>, при цьому з фенолятів утворюються феноли. Додають нову порцію (5 мл) *n*-бутилацетату та знову екстрагують. Етерний екстракт висушують безводним Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> та упарюють етер на водяній бані до об'єму 1-2 мл.

**Хроматографування.** На хроматографічному папері розміром 20 · 47 см на відстані від краю паперу 4 см наносять стартову лінію. Отриманий екстракт, а також стандартні розчини фенолів наносять мікропіпеткою на стартову лінію хроматографічного паперу на відстань 4 см один від одного на лінії.

Для насичення парама розчинника та усунення «крайового ефекту» в камеру попередньо поміщають фільтрувальний папір, який просочений рухомою фазою - етилметилкетонем. Папір з нанесеними зразками поміщають в камеру для вертикального елюювання. Хроматографування проводять приблизно 3



години, потім папір сушать, обприскують із оприскувача розчином 4-аміноантипірину в етиловому спирті та витримують над парами аміаку.

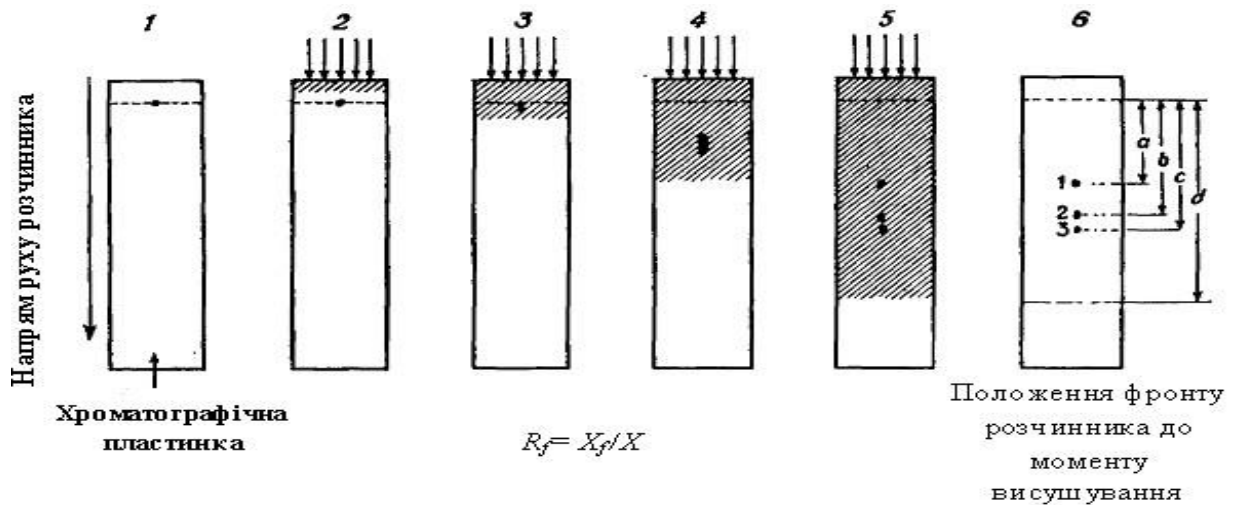


Рис.10.2. Нанесення зразку, розвиток хроматограми та проявка хроматограми.

*Розрахунок.* Розраховують коефіцієнт  $R_f$ :

$$R_f = X_f / X,$$

де  $R_f$  – співвідношення віддалей пройдених досліджуваною речовиною і розчинником;

$X_f$  – віддаль пройдена досліджуваною речовиною, см;

$X$  – віддаль пройдена розчинником, см.

Результати оформлюють у вигляді таблиці 10.1.

*Таблиця 10.1.*

**Віддалі пройдені досліджуваними сполуками і розчинником та  $R_f$ .**

Твердокопчена ковбаса			Сирокопчена ковбаса			Феноли
$X$	$X_f$	$R_f$	$X$	$X_f$	$R_f$	
						Фенол 94
						<i>o</i> -крезол
						<i>n</i> -крезол 108
						Гваякол 124

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 11

### Визначення іонів плумбуму в м'ясі та місних виробів спектрофотометричним методом

**Мета:** визначити вміст плумбуму у м'ясі й м'ясних виробах.

**Обладнання та реактиви:** Спектрофотометр, кювети з товщиною поглинаючого шару 10 мм, електричні ваги, стакани хімічні місткістю 50 см<sup>3</sup> – 6

шт, мірні циліндри місткістю 10 і 20 см<sup>3</sup>, градуйовані піпетки місткістю 5 і 10 см<sup>3</sup> – по 1 шт, порцеляновий тигель діаметром 3 см, центрифуга з центрифужними пробірками, скляна паличка, стандартний розчин нітрату плюмбуму з концентрацією 1,0 мг/см<sup>3</sup>, розчин ацетату амонію з концентрацією 3%, сульфатна кислота з концентрацією 70%, розчин хромату калію з концентрацією 1 %, мірна колба місткістю 1000 см<sup>3</sup>, фільтрувальний папір, аналізовані продукти (м'ясо, ковбаса, фарш).

Унаслідок газових викидів автомобільного транспорту, підприємств хімічної та металургійної промисловості важкі метали забруднюють атмосферу, ґрунт, воду, звідки потрапляють в організм людей і тварин. Плюмбум, який може міститися в тканинах забійних тварин, є небезпечний для здоров'я людини через високу токсичність і кумулятивність. Визначення плюмбуму ґрунтується на одержанні сульфату плюмбуму за розчинення його в ацетаті амонію і подальшої взаємодії з хроматом калію, яка супроводжується утворенням малорозчинного хромату плюмбуму. Гранично допустима концентрація плюмбуму в м'ясі та м'ясних виробках ставить 0,5 мг/кг.

### Хід роботи

**1. Завдання:** приготувати 50 мл розчину плюмбум нітрату з концентрацією 1,0 мг/см<sup>3</sup>. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---

**2. Завдання:** приготувати 500 мл 3 % розчину амоній ацетату. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---

**3. Завдання:** приготувати 50 мл 1 % розчину калій хромату. В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість KCrO<sub>4</sub>, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

---

**4. Побудова градувальної кривої.** 10 см<sup>3</sup> стандартного розчину нітрату плюмбуму поміщають у мірну колбу на 1000 см<sup>3</sup>, доводять до мітки розчином ацетату амонію, одержують розчин з концентрацією 0,01 мг/см<sup>3</sup>. У хімічні стакани на 50 см<sup>3</sup> піпеткою відбирають 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см<sup>3</sup> стандартного розчину нітрату плюмбуму, в кожний стакан додають відповідно 9,0; 8,0; 7,0; 6,0; 5,0 см<sup>3</sup> розчин ацетату амонію і по 1 см<sup>3</sup> розчину хромату калію, одержують суспензії із вмістом 0,002; 0,003; 0,004; 0,006 та 0,01 мг плюмбуму. Контрольний розчин готують змішуванням 10 см<sup>3</sup> розчину ацетату амонію і 1 см<sup>3</sup> розчину хромату калію. Вимірюють оптичну густину розчинів відносно контрольного розчину при  $\lambda = 480$  нм у кюветах з товщиною поглинаючого шару 10 мм. За отриманими результатами будують градувальну криву в координатах  $A = f(c)$  – Рис.11.1

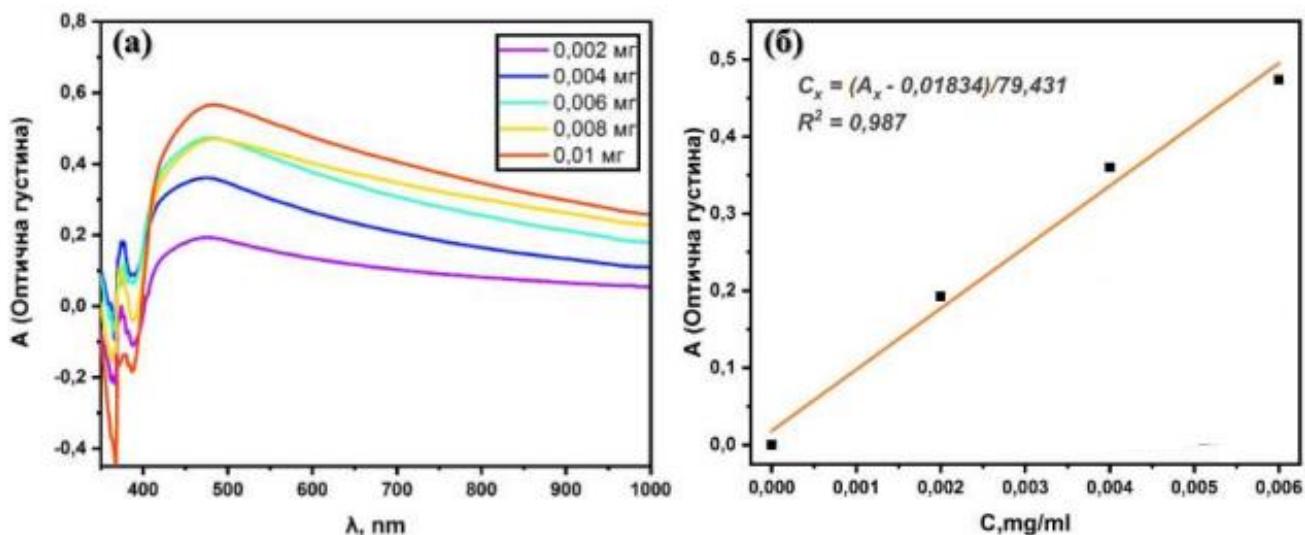


Рис.11.1 а) залежність оптичної густини еталонних розчинів від довжини хвилі випромінювання; б) калібрувальний графік для визначення концентрації п्लюмбуму (мг/см<sup>3</sup>).

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації п्लюмбуму від оптичної густини розчину (мг/см<sup>3</sup>):

$$C_x = \frac{A_x - 0.01834}{79.431}$$

**5. Підготовка проби.** У тигель поміщають  $5,0 \pm 0,1$  г аналізованої речовини додають 2 см<sup>3</sup> розчину сульфатної кислоти, поміщають у муфельну піч і наважку озолують при температурі 800°C до білої золи. Потім охолоджену золу обробляють 12 см<sup>3</sup> розчину ацетату амонію, вміст тигля переносять у центрифужну пробірку, центрифугують, піпеткою відбирають 10,0 см<sup>3</sup> розчину, додають 1,0 см<sup>3</sup> розчину хромату калію, перемішують та вимірюють оптичну густину отриманого розчину. За графіком знаходять масу п्लюмбуму в пробі.

**6. Аналіз вмісту п्लюмбуму.** Вміст п्लюмбуму ( $\omega$ , мг%) в аналізованому продукті розраховують за формулою

$$\omega = \frac{C_x \cdot 100}{m}$$

де  $C_x$  – концентрація п्लюмбуму, знайдена за формулою 1, мг/ см<sup>3</sup>.  
 $m$  – маса зваженого аналізованого продукту, г.

Отримані результати заносять до табл. 11.1

Таблиця 11.1

№	Досліджуваний продукт	A <sub>x</sub>	C <sub>x</sub> , мг/л	ω, мг/100 г
1				
2				
3				

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 12

### Виявлення іонів важких металів у харчових продуктах

**Мета роботи:** виявити наявність іонів важких металів у продуктах харчування

Вміст металів у харчових продуктах залежить від багатьох факторів, перш за все, від умов формування біологічного організму, обробки продовольчої сировини та приготування продуктів харчування. У 1973 році ООН прийняла список п'ятнадцяти найбільш шкідливих для людини речовин. Серед них, окрім нітритів, нітратів, нітрозозамінів тощо, наведені ртуть (Hg), свинець (Pb), та кадмій (Cd).

Відомо що, деякі з цих металів, у малих дозах, життєво необхідні у живих організмах, як «мікроелементи» (табл.12.1 та 12.2). Вміст їх у живих організмах менше 0,01 % маси тіла.

Таблиця 11.1

### Вміст іонів металів необхідний для «нормального» функціонування людського організму

Іон металу	Форма при рН 7	Вміст в організмі людини	Концентрація в плазмі крові	Денна норма
Na <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>	100 г	141 мМ	1-3 г
K <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	140 г	4 мМ	2-3 г
Mg <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	27 г	0,9 мМ	0,7 г
Ca <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	1100 г	1,3 мМ	0,8 г
Cr <sup>3+</sup>	Cr(OH) <sub>2</sub> <sup>+</sup>	0,006 г	0,5 мкМ	0,0001 г
Mo <sup>6+</sup>	MoO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0,009 г	-	0,0003 г
Mn <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	0,012 г	1 мкМ	0,044 г
Fe <sup>3+</sup>	FeO(OH)↓	4-5 г	20 мкМ	0,01-0,02 г
Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>2+</sup>	4-5 г	20 мкМ	0,01-0,02 г
Co <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	0,001 г	0,5 мкМ	3 мкг*
Ni <sup>2+</sup>	Ni <sup>2+</sup>	0,01 г	0,05 мкМ	-
Cu <sup>2+</sup>	CuO↓	0,1 г	19 мкМ	0,003 г
Zn <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	2 г	46 мкМ	0,015 г

\* Іони кобальту, що містяться у структурі вітаміну B<sub>12</sub>.

В організм людини, з продуктами харчування надходить близько 20 важких

металів. Майже всі вони належать до мікроелементів. Разом з тим, хімічні елементи (у тому числі і деякі важкі метали) складають велику і дуже небезпечну, в токсикологічному відношенні, групу речовин. Звичайно, до токсичних металів відносять 14 елементів: ртуть (Hg), свинець (Pb), кадмій (Cd), арсен (As), снібок (Sb), олово (Sn), цинк (Zn), алюміній (Al), берилій (Be), залізо (Fe), мідь (Cu), хром (Cr), талій (Tl), нікель (Ni).

З них, до високотоксичних елементів відносять: кадмій, ртуть, свинець, олово, мідь, берилій. У відомих працях, які присвячені проблемам забруднення навколишнього середовища, до важких металів відносять більш як 40 металів з атомною масою, яка перебільшує 50 атомних одиниць. Слід відзначити, що сам термін «важкі метали», в різних наукових та навчальних виданнях, розуміється по різному. Одне з визначень, трактує, що «до важких металів слід відносити метали з густиною більш як 8 г/см<sup>3</sup>». Таким чином, до важких металів слід відносити тільки 10: свинець (Pb), мідь (Cu), цинк (Zn), нікель (Ni), кадмій (Cd), кобальт (Co), снібок (Sb), олово (Sn), вісмут (Bi), ртуть (Hg). За визначенням Реймерса, благородні метали стоять окремо від важких металів.

Через свою специфічну дію хром, марганець, цинк, кобальт, мідь, залізо, молибден, селен, нікель і ванадій названі есенціальними (життєво необхідними) мікроелементами. Вони приймають участь у різних формах метаболізму. При синтезі у організмі тканин (речовин), вони є у складі ферментів, вітамінів та різних тканин організму. Доцільно згадати принцип Парацельса - доза речовини диференціює її дію, у залежності від кількості, від лікуючої речовини до отрути. При концентраціях, вищих від гранично допустимих, важкі метали стають надзвичайно шкідливими. Ще раз підкреслимо, що ртуть, свинець, селен, ванадій, олово, снібок, вісмут, хром, марганець, залізо, кобальт, нікель, срібло, мідь, цинк, кадмій, арсен тощо, є токсичними елементами при певних концентраціях та у певних умовах. Слід відмітити, що певна кількість металів завжди потрібна для нормального функціонування організму.

До есенціальних металів відносяться життєво необхідні мікроелементи, які приймають участь у різних формах метаболізму. До них відносяться хром, марганець, цинк, кобальт, мідь, залізо, молибден, селен, нікель і ванадій. До неесенціальних металів відносяться ті метали, які не є життєво необхідними для нормального функціонування організму. До неесенціальних металів належать кадмій, свинець, ртуть, арсен, берилій, титан, алюміній, барій, телур, олово і снібок. При певній концентрації есенціальні та неесенціальні метали проявляють токсичну дію. Так, спостерігаються, як безпосередні, так і віддалені токсичні ефекти їх присутності в організмі людини. Встановлено канцерогенний, ембріотоксичний та тератогенний ефекти для хрому, арсену, кадмію, берилію та нікелю. Особливо небезпечні для здоров'я людини елементи, які мають властивість акумулюватися в організмі. При значному надходженні їх в організм, спостерігається хронічна токсикація, яка має своєрідний для кожного металу характер і патогенез (критичні ефекти в організмі) (табл.11.2). Найбільш небезпечними, з важких металів, є кадмій, ртуть і свинець.

Розглядаючи токсичність металів, ще раз необхідно підкреслити, що в

природі вони перебувають, переважно не як самостійні елементи, а у вигляді різноманітних сполук. Завдяки своїм фізико-хімічним властивостям (валентності, розчинності та іншим особливостям) вони мають різну міграційну здатність у харчовому ланцюзі. Це стосується, насамперед, органічних сполук металів, більшість яких є незвичними для природного середовища і має високу токсичність. Для металів визначено ряд спільних закономірностей їх токсичної дії (В.А.Домарецький, 1991):

- Металічні йони легко вступають у взаємодію з реакційноздатними групами, які містяться в біомолекулах організму, перш за все, сульфогідрильними, карбоксильними, фосфатними тощо. При цьому, порушується певна біологічна функція біомолекул. У результаті, може статися, наприклад, інактивація ферментів.

- Токсичні ефекти, які властиві металам, можуть виникати як при їх прямому зв'язуванні з певними складовими частинами організму, так і в наслідок антагонізму між ними або іншими елементами. Токсичні елементи витісняють есенціальні елементи, які містяться у живому організмі, порушуючи тим самим ті функції організму, які від них залежать. Такий біологічний антагонізм, існує, наприклад, між вольфрамом і молібденом, сріблом та купрумом, кадмієм і цинком, арсеном та фосфором, селеном і сульфуром, літієм та натрієм, рубідієм і кальцієм, барієм та стронцієм, ніобієм і ванадієм, нікілем та купрумом, купрумом і молібденом, селеном та кадмієм, арсеном і селеном.

- При підвищеному надходженні, особливо, есенціальних елементів, у деяких випадках, виявляється початкова фаза активації залежних від них процесів, услід за якою настає порушення цих процесів в організмі (залежить від дози).

- Маючи специфічні способи детоксикації, людський організм, до певної міри, регулює дію металів, що надходять. При підвищеному надходженні ці способи досить швидко активуються і, в певних межах, можливе пристосування, тобто, адаптація, як прояв гомеостазу.

Таблиця 11.2

**Токсична дія деяких металів та реагенти для їх детоксикації**

Метал	Токсичність і фізіологічна дія	Реагенти детоксикації
1	2	3
Берилій	Уражає шкіру та легені. Надає перевагу O-донорам електронів в порівнянні з N і S, і тому, діє на фосфатази. Летальна доза – 1мг на 1 кг маси тіла.	Алюмініон
Кобальт	Знижує активність SH-груп у ферментах. Викликає поліцитемію (збільшує число еритроцитів)	Амінокислота цистеїн

1	2	3
Купрум	Причина появи надлишку металу – хвороба Вільсона (розлад регуляції вмісту купруму в організмі). Купрум відкладається в печінці та інших органах.	Пеніциламін або $\text{Na}_2[\text{CaEDTA}]$
Цинк	Надлишок Cu і Zn викликає нудоту і подразнює стінки стравоходу.	Дифенілтіокарбазон, проте надлишок реагенту токсичний; він руйнує комплекс Zn з цистеїном
Алюміній	Нормальна концентрація в крові - 18 мкМ Токсична концентрація в крові - 90 мкМ	БАЛ (британський антилюїзит), або $\text{Na}_2[\text{CaEDTA}]$
Арсен, Меркурій, Кадмій, Золото, Плюмбум, Вісмут, Сурма, Ванадій	Взаємодіють з SH-групами найважливіших ферментів.	БАЛ (британський антилюїзит), комплекс Cd-БАЛ токсичний, і шкідливо впливає на нирки
Уран	Проходить через шкіру та відкладається в кістках. Разом з тим, його токсична дія обумовлена поступовим акумулюванням у нирках	$\text{Na}_2[\text{CaEDTA}]$

### **Дослід 1 Якісний аналіз суміші катіонів важких металів методом тонкошарової хроматографії.**

Суміш декількох катіонів розділяють методом одновимірної хроматографії на папері. Підбирають відповідну рухому фазу, а для проявлення - відповідний проявник. По забарвленню кожної зони, отриманої після хроматографування і проявлення, встановлюють якісний склад суміші катіонів.

#### **Прилади, посуд, реактиви:**

- Чашки Петрі – 2 шт.;
- пульверизатори – 2 шт.;
- мікропіпетка місткістю 0,1 см<sup>3</sup>;
- хроматографічний папір;
- ножиці;
- розчинник – суміш ацетону, концентрованої HCl і води в об'ємному співвідношенні 87 : 8 : 5;
- проявники – аміачний розчин диметилгліоксиму з масовою часткою 1,0 %; водний розчин гексаціаноферату (II) калію з концентрацією 1,0 моль/дм<sup>3</sup>;

- концентрований розчин аміаку;
- стандартна суміш хлоридів  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ , яка містить по 2,0 мг відповідного металу в  $1 \text{ см}^3$ .

### Хід роботи

**Роботу слід виконувати у витяжній шафі при включеній вентиляції!**

**Підготовка хроматографічного паперу.** Готують два круги хроматографічного паперу, діаметр яких на 0,2 см більше діаметру чашки Петрі. Відзначають олівцем центр круга і вирізують "гніт" шириною 0,5 см і завдовжки 1 – 1,5 см (рис.12.1).

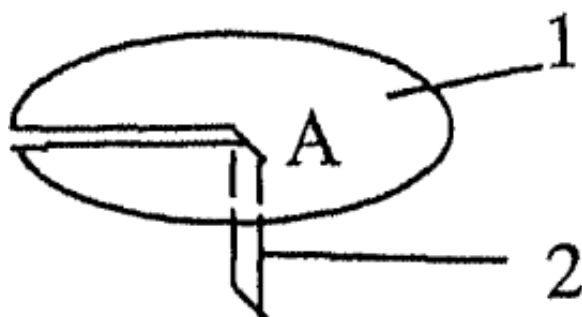


Рис. 12.1. підготовка хроматограми: А – місце нанесення проби; 1 – хроматографічний папір; 2 – гніт для подачі розчинника

**Хроматографування.** У дві чашки Петрі поміщають розчинник на 1/2 висоти. У центр одного круга мікропіпеткою наносять краплю аналізованого розчину, в центр іншого - краплю стандартної суміші хлоридів  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ . Діаметр плями після нанесення проби не повинен перевищувати 1 см. Папір підсушують на повітрі і поміщають на чашки Петрі так, щоб "гніт" занурювався у розчинник (рис.11.2).

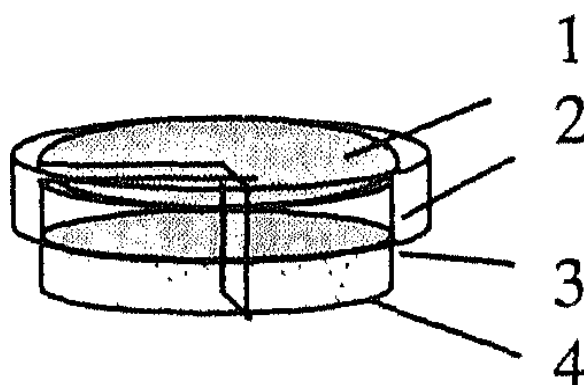


Рис.12.2. Розділення речовин методом кругової хроматографії: 1- хроматографічний папір; 2 - кришка; 3 - чашка Петрі; 4 - органічний розчинник

Чашки Петрі щільно закривають кришками, щоб уникнути випаровування розчинника і залишають до тих пір, поки під дією капілярних сил розчинник пройде майже до кінця (0,5 см до краю) хроматографічного паперу.



Таблиця 12.3

**Характеристики зон катіонів**

Визначаємий катіон	Проявник	Забарвлення зони
Ni <sup>2+</sup>	Диметилгліоксим	Рожеве
Co <sup>2+</sup>	Диметилгліоксим	Голубе
Cu <sup>2+</sup>	Гексаціаноферат (II) калію	Буро-червоне
Fe <sup>3+</sup>	Гексаціаноферат (II) калію	Синьо-зелене

Отримані хроматограми витягують з чашок Петрі і відзначають олівцем фронт розчинника. Хроматограми сушать на повітрі, розрізають кожну на 6-8 секторів, позначають олівцем стандартну і досліджувану хроматограми. Кожен з підготовлених секторів проявляють відповідними реактивами і висушують. Забарвлені зони вказують на присутність тих або інших іонів (табл.12.1).

За кольором і розташуванням забарвлених концентричних кілець ідентифікують катіони. Користуючись рядомкоефіцієнтів розподілу іонів  $K_{Ni} > K_{Co} > K_{Cu} > K_{Fe}$ , роблять висновок про порядок розташування і забарвлення зон кожного катіона на стандартній хроматограмі. Порівнюють стандартну і досліджувану хроматограми і ідентифікують катіони аналізованої суміші.

Вимірюють на стандартній і досліджуваній хроматограмах зсув зон катіонів X, тобто відстань від центру хроматограми до середини відповідної зони і величину зсуву фронту розчинника

$X_f$  - відстань від центру хроматограми до межі розповсюдження розчинника. Розраховують коефіцієнт  $R_f$  для кожного катіона по формулі:

$$R_f = X/X_f.$$

Отримані результати заносять в таблицю 2.4.

Таблиця 12.4

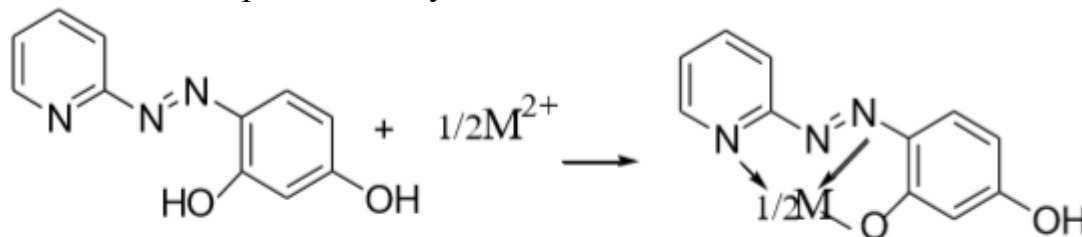
Катіони	Хроматограма					
	Стандартна			Досліджувальна		
	X	$X_f$	$R_f$	X	$X_f$	$R_f$

Порівнюють коефіцієнт  $R_f$  для катіонів на стандартній і досліджуваній хроматограмі і роблять висновок про склад аналізованого розчину.

**Дослід 2 Колориметричне визначення сумарного вмісту іонів металів (кобальту (II), кадмію (II), купруму (II), цинку (II), ніколу (II), плюмбуму (II)) реакцією з 4-(2-піридилазо)-резорцином**

Визначення іонів металів ґрунтується на утворенні комплексів червоного кольору іонів  $Co^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$  з 4-(2-піридилазо)-резорцином при

pH 5. В основі визначення лежить реакція комплексоутворення металів (кобальту(II), кадмію(II), купруму(II), цинку(II), ніколу(II), п्लомбуму(II)) з 4-(2-піридилазо)-резорцином. Реакцію взаємодії іонів металів з 4-(2-піридилазо)-резорцином можна представити у вигляді:



**Мета роботи:** ознайомитися з прийомами приготування колірної шкали на основі реагентних розчинів, приготувати колірну шкалу для визначення суми важких металів (кобальту(II), кадмію(II), купруму(II), цинку(II), ніколу(II), п्लомбуму(II)) з 4-(2-піридилазо)-резорцином.

**Реактиви та обладнання:**

- розчин 4-(2-піридилазо)-резорцину, 0.001 моль/л;
- розчин з точно відомою сумарною молярною концентрацією іонів металів (у розчині всі шість іонів металів мають рівні молярні концентрації);
- буферний розчин із pH 5;
- набір пробірок;
- мірний посуд.

**Хід роботи**

**Приготування градувальних розчинів.** У колби місткістю 25 мл вносять 2.5 мл розчину 4-(2-піридилазо)-резорцину, 5 мл буферного розчину і необхідний об'єм розчину суми металів, доводять до мітки дистильованою водою й перемішують.

Значення концентрацій сум металів у розчинах для створення колірної шкали становлять:

0.125·10<sup>-4</sup>    0.25·10<sup>-4</sup>    0.5·10<sup>-4</sup>    1·10<sup>-4</sup>    2·10<sup>-4</sup>    4·10<sup>-4</sup> моль/л

Готові розчини переливають у пробірки. Пробірки розташовують у порядку збільшення концентрації іонів металів у розчині.

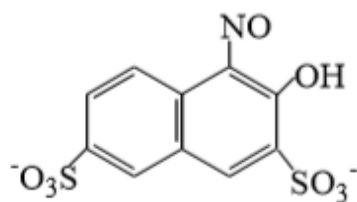
**Визначення сумарної концентрації іонів важких металів у контрольній пробі.** У колбу місткістю 25 мл вносять 2.5 мл розчину 4-(2-піридилазо)-резорцину, 5 мл буферного розчину, доводять до мітки водою, що аналізують, та перемішують. Готовий розчин переливають у пробірку, порівнюють його забарвлення зі шкалою та роблять висновок про вміст іонів металів у пробі. Спостереження проводять при денному розсіяному освітленні.

**Дослід 3 Колориметричне визначення іонів кобальту (II) реакцією з нітрито-Р-сіллю**

Визначення іонів кобальту ґрунтується на утворенні його забарвлених комплексів реакцією з нітрито-Р-сіллю в слабкокислому середовищі. Концентрацію кобальту в контрольному розчині визначають, порівнюючи

інтенсивність забарвлення пробірок.

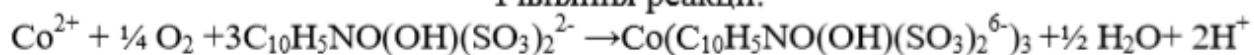
Рівняння реакції:



Нітрузо-*R*-сіль



Рівняння реакції:



**Мета роботи:** приготувати колірну шкалу та оцінити вміст кобальту(II) у контрольному розчині за інтенсивністю червоно-коричневого забарвлення комплексів іонів  $Co^{2+}$  з нітрузо-*R*-сіллю.

**Реактиви та обладнання:**

- розчин нітрузо-*R*-солі,  $5 \cdot 10^{-3}$  моль/л;
- розчин кобальту нітрату,  $5 \cdot 10^{-3}$  моль/л;
- оцтово-ацетатний буферний розчин з рН 5;
- мірний посуд.

### Хід роботи

**Підготовка градувальних розчинів.** У колби місткістю 50 мл вносять 0.5 мл розчину нітрузо-*R*-солі, 10 мл буферного розчину і розрахований об'єм розчину  $Co(NO_3)_2$ . Доводять до мітки дистильованою водою та перемішують.

Значення концентрації  $Co^{2+}$  у розчинах для створення колірної шкали:



**Визначення концентрації кобальту(II) в контрольному розчині.** У мірну колбу місткістю 50 мл вносять 25 мл досліджуваної води, 0.5 мл розчину нітрузо-*R*-солі, 10 мл буферного розчину і доводять дистильованою водою до мітки. Готовий розчин переливають у пробірку, порівнюють його забарвлення з колірною шкалою та роблять висновок про вміст кобальту в досліджуваній воді.

Співставлення забарвлення розчинів у пробірках проводять при розсіяному світлі на білому фоні.

**Дослід 4 Колориметричне визначення іонів кобальту (II) реакцією з тіоціанатом калію**

Визначення іонів кобальту ґрунтується на екстракції його тіоціанатних комплексів ацетоном. Концентрацію кобальту (II) в контрольному розчині визначають, порівнюючи інтенсивність блакитного забарвлення розчину з колірною шкалою.

**Мета роботи:** приготувати колірну шкалу та оцінити вміст кобальту(II) у контрольному розчині за інтенсивністю блакитного забарвлення комплексів іонів  $Co^{2+}$  з  $SCN^-$ .

**Реактиви та обладнання:**

- розчин кобальту нітрату, 0.01 моль/л;
- розчин сірчаної кислоти, 0.2 моль/л;

- розчин KSCN, 5 моль/л;
- розчин натрію фториду, 1 моль/л;
- мірний посуд.

### Хід роботи

*Готування градувальних розчинів.* У колби місткістю 25 мл вносять розраховані об'єми розчинів  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ , додають 1.5 мл розчину сірчаної кислоти, 0.5 мл розчину калію тіоціанату, 1 мл розчину натрію фториду й 10 мл ацетону. Доводять до мітки дистильованою водою та перемішують. Забарвлені розчини переливають у пробірки. Пробірки розташовують у штативі в порядку збільшення концентрації кобальту у розчині.

Значення концентрації  $\text{Co}^{2+}$  для створення колірної шкали:

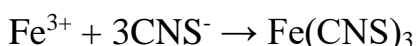
$1 \cdot 10^{-5}$   $2 \cdot 10^{-5}$   $4 \cdot 10^{-5}$   $8 \cdot 10^{-5}$   $16 \cdot 10^{-5}$   $32 \cdot 10^{-5}$   $64 \cdot 10^{-5}$  моль/л

*Визначення концентрації кобальту(II) в контрольному розчині.* У мірну колбу місткістю 25 мл вносять 10 мл досліджуваної води, 1.5 мл розчину сірчаної кислоти, 0.5 мл розчину калію тіоціанату, 1.0 мл розчину натрію фториду, 10 мл ацетону і доводять дистильованою водою до мітки. Готовий розчин переливають у пробірку, порівнюють його забарвлення з колірною шкалою та роблять висновок про вміст кобальту в досліджуваній воді.

Співставлення забарвлення розчинів у пробірках проводять при розсіяному світлі на білому фоні.

**Дослід 5. Колориметричне визначення загального вмісту іонів феруму  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$  реакцією з роданідами (залізоамонійними квасцями)**

Метод визначення загального вмісту іонів феруму  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$  реакцією з роданідом. Метод ґрунтується на взаємодії у сильно кислому середовищі окисного заліза  $\text{Fe}^{3+}$  і роданіду калію KCNS з утворенням забарвленого у червоний колір комплексної сполуки роданіду заліза:



Склад комплексної сполуки не є постійним і може коливатись у залежності від концентрації іонів  $\text{Fe}^{3+}$  і  $\text{SCN}^-$  від  $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$  до  $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ .

Присутність іонів  $\text{Fe}^{2+}$  не заважає перебігу цієї реакції, але для визначення загального вмісту іонів заліза ( $\text{Fe}^{3+} + \text{Fe}^{2+}$ ) іони  $\text{Fe}^{2+}$  перед аналізом окиснюють персульфатами амонію або лужних металів до  $\text{Fe}^{3+}$ . Інтенсивність забарвлення пропорційна концентрації феррум. Чутливість методу 0,05 мг/л  $\text{Fe}^{3+}$ .

**Мета роботи:** визначити загальний вміст іонів феруму методом спектроскопії.

**Реактиви та обладнання:**

20 % розчин роданіду калію KCNS (або роданіду амонію  $\text{NH}_4\text{CNS}$ );  
 концентрована хлоридна кислота;  
 перекристалізовані залізоамонійні квасці  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ;  
 персульфат амонію  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$

### Хід роботи

У мірну колбу вносять 50 мл перемішаної досліджуваної води, що містить не більше 1 мг/л іонів феруму, потім доводять дистильованою водою до мітки. Переносять у більшу колбу, додають 1 мл концентрованої хлоридної кислоти (густиною 1,12 г/мл), декілька кристалів персульфату амонію і 1 мл 20% розчину KCNS (або NH<sub>4</sub>CNS). Перемішують та вимірюють оптичну густина розчину у порівнянні з дистильованою водою при довжині хвилі світла 490-500 нм у кюветі з товщиною оптичного шару 10-50 мм.

Загальний вміст іонів феруму Fe<sup>2+</sup> і Fe<sup>3+</sup> аналізом води без розведення визначають безпосередньо за калібрувальним графіком залежності оптичної густини розчину роданіду окисного заліза від концентрації, а при розведенні розраховують за формулою:

$$C_{\text{Fe заг}} = C_{\text{К}} \cdot V_1/V_2, \text{ мг/л, де}$$

C<sub>К</sub> – концентрація заліза, знайдена за калібрувальним графіком;

V<sub>1</sub> – загальний об'єм досліджуваної та дистильованої води, мл;

V<sub>2</sub> – об'єм досліджуваної води, взятої для аналізу, мл.

**Одержання калібрувального графіку.** Готують основний розчин залізоамонійних квасців: 0,8634 г NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O вносять у мірну колбу на 1000 мл, додають 2 мл концентрованої хлоридної кислоти і доводять дистильованою водою до 1000 мл (при цьому 1 мл розчину містить 0,1 г іонів феруму). 10 мл одержаного основного розчину у мірній колбі розводять дистильованою водою до 100 мл (0,01 мг/мл) і одержують робочий розчин залізоамонійних квасців. У мірні колби на 50 мл вносять 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 5,0 мл робочого розчину залізоамонійних квасців і доводять дистильованою водою до мітки. Підготовлена стандартна серія розчинів містить по 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг Fe<sup>3+</sup>/л.

Проводять реакції цих розчинів з роданідом KCNS за вищенаведеною методикою, визначають оптичну густина і будують калібрувальний графік.

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №13 ВИЗНАЧЕННЯ НІТРАТІВ В РОСЛИННІЙ СИРОВИНІ ТА ПРОДУКЦІЇ ІОНОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

**Мета роботи:** Визначити кількість нітратів в фруктах та овочах за допомогою іонометричного методу.

**Принцип методу.** Сутність методу полягає у вилученні нітратів із аналізованого матеріалу розчином алюмокалієвих галунів і наступним визначенням концентрації нітратів в одержаній витяжці за допомогою іоноселективного електроду. При аналізі рослинної продукції родини хрестоцвітих для усунення домішок, які заважають визначенню нітратів, додатково проводять їх окиснення перманганатом калію.

Чутливість іонометричного визначення нітратів складає 6 мг/дм<sup>3</sup> досліджуваного розчину, а сумарна похибка методу оцінюється за коефіцієнтом варіації і складає ± 12 %.

**Прилади та реактиви:** мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 1000 см<sup>3</sup>; піпетки місткістю 10 см<sup>3</sup>; тертка або гомогенізатор; ваги технічні; ваги аналітичні; алюмокалієві галуни; перманганат калію; сульфатна кислота концентрована; йономір універсальний.

#### **Підготовка до аналізу та приготування розчинів**

Підготовка проби. Із загальної проби, для підготовки до аналізу чинять так:

*Картопля.* Клубні миють водою, обсушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою з кожного клубня беруть чверть. Відібраний матеріал перемішують і виділяють пробу для аналізу вагою не менше 0,25 кг.

*Буряк столовий та інші коренеплоди.* Коренеплоди миють водою, витирають, відрізають шийку і тонкий кінець кореня. Великі коренеплоди розрізають хрестоподібно вздовж вертикальної осі і використовують для аналізу половину або чверть. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5–0,25 кг.

*Капуста.* Кожний качан розрізають на 4 частини по вертикальній осі і беруть по одній чверті пробу для аналізу. При цьому зрізують та викидають поверхню попереднього зрізу, відкидають верхні неїстівні листя і залишок качану. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

*Листові овочі* очищують від землі, звільняють від неїстівних частин та включень і виділяють пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

*Цибулинні рослини.* Відкидають неїстівні частини. З цибульок видаляють верхню лузгу, зрізують і відкидають основу кореня і суху шийку. Цибульки поділяють на дві частинки по вертикалі і беруть для аналізу тільки одну половинку. Із одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

*Томати, огірки.* Плоди миють водою, просушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою, видаляють плодоніжки. Великі плоди розрізають на 2–4 частини вздовж осі, для аналізу беруть половину або чверть. Із одержаного матеріалу виділяють для аналізу пробу вагою 0,5 кг.

*Бахчеві культури.* З плодів знімають верхній шар, який не вживають у їжу, видаляють також насіння і досліджують тільки їстівну частину. Плоди розрізають на 2 частини по лінії від місця кріплення стебла до посліду квітки таким чином, щоб в кожную половину потрапили затемнені і освітлені сонцем частини. Якщо плоди дуже великі, їх розрізають на сегменти 6–8 см по колу плоду і беруть 2–4 сегменти з протилежних сторін кожного плода. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

#### **Підготовка зразку до аналізу**

Проби для аналізу, подрібнюють за допомогою терки або гомогенізатора до одержання однорідної маси. Зелені культури попередньо подрібнюють ножицями або ножем до розміру частин 0,5–1 см. Подрібнену пробу ретельно перемішують і використовують для аналізу.

#### **Приготування розчину алюмокалієвих галунів з масовою часткою 1 % (екстрагуючий розчин)**

10,0 г алюмокалієвих галунів зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 см<sup>3</sup>, розчиняють в дистильованій воді, доводять об'єм розчину до мітки і перемішують.

## **Приготування екстрагуючого розчину для культур родини хрестоцвітих**

10г алюмокалієвих галунів зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 см<sup>3</sup>, розчиняють в дистильованій воді. Після цього зважують 1,0 г перманганату калію з точністю до першого десяткового знаку і переносять наважку в цю ж колбу, туди ж додають 0,6 см<sup>3</sup> концентрованої сульфатної кислоти. Одержану суміш збовтують до розчинення всіх інгредієнтів і розчин доводять до мітки дистильованою водою. Розчин може зберігатись не більше 1 року.

### **Приготування розчину калію нітрату концентрацією 0,1 моль/дм<sup>3</sup>**

$$pC_{NO_3} = -1 \lg C(NO_3) = 1$$

10,11 г калію нітрату, який попередньо висушений при температурі 100–105°C до постійної ваги, зважують з точністю до другого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 см<sup>3</sup>, розчиняють в екстрагуючому розчині і доводять об'єм до мітки екстрагуючим розчином. Розчин може зберігатись не більше 1 року. При появі каламуті або осаду розчин замінюють свіжеприготовленим.

### **Приготування градувальних розчинів калію нітрату**

Градувальні розчини калію нітрату готують із розчину в день проведення аналізу, використовуючи для розведення той же розчин алюмокалієвих галунів, який використовують для підготування проб.

*Градувальний розчин з концентрацією калію нітрату 0,01 моль/дм<sup>3</sup>*

$$pC_{NO_3} = -1 \lg C(NO_3) = -2.$$

Розчин калію нітрату 0,1 моль/дм<sup>3</sup> розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвих галунів. Для цього відбирають піпеткою 10 см<sup>3</sup> розчину з  $pC(NO_3) = -1$  в мірну колбу на 100 см<sup>3</sup>, доводять об'єм до мітки розчином алюмокалієвих галунів і перемішують.

*Градувальний розчин з концентрацією калію нітрату 0,001 моль/дм<sup>3</sup>*

$$pC_{NO_3} = -3.$$

Розчин калію нітрату 0,01 моль/дм<sup>3</sup> розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвих галунів.

*Градувальний розчин з концентрацією калію нітрату 0,0001 моль/дм<sup>3</sup>*

$$pC_{NO_3} = -1 \lg C(NO_3) = -4.$$

Розчин калію нітрату 0,001 моль/дм<sup>3</sup> розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвих галунів.

Градувальні розчини використовують для градування приладу, перевірки електродів і побудови градувального графіку.

### **Підготовка електродів до роботи**

Мембранний іоноселективний нітратний електрод та хлорсрібний електрод

порівняння готують до роботи у відповідності з інструкціями до електродів.

В проміжки між проведенням випробувань мембранний іоноселективний електрод занурюють в дистильовану воду, а якщо перерва між випробуваннями більше доби, електрод зберігають в розчині азотнокислого калію з концентрацією 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. При тривалих перервах між дослідженнями (5 діб і більше) електрод зберігають на повітрі. В обох випадках перед початком вимірювань електрод витримують в дистильованій воді не менше 10 хвилин.

Хлорсрібний електрод порівняння в перервах між випробуваннями зберігають в насиченому розчині хлориду калію.

### **Хід роботи**

#### **Порядок виконання роботи та заходи безпеки.**

Портативний нітратомір (рис.13.1) призначений для вимірювання показника концентрації нітратів ( $pC_{NO_3}$ ), ЕРС, масової частки (масової концентрації) нітратів у воді і рідких пробах, підготовлених згідно з методиками виконання вимірювань, а також індикації температури навколишнього повітря, що наведено у технічних параметрах (табл.13.1.) використовується в різних галузях, сумісний з практично з усіма типами нітратних електродів.

Вимірювальний електрод, одиночний чи комбінований, підключається до вимірювального перетворювача через з'єднання типу BNC, електрод порівняння повинен закінчуватися однополюсною вилкою типу Ш- 4,0.

Живлення здійснюється від мережі змінного струму. Результати вимірювань відображаються на символному дисплеї.





Рисунок 13.1. – Нітратомір Н-401

Таблиця 13.1

**Технічні параметри**

Вимірювана величина	Діапазон вимірювання	Дискретність показів	Абсолютна похибка
$pC_{NO_3}$	0,3 - 4,3	0,01	$\pm 0,05$
ЕДМ, мВ	2 - 500	0,5	$\pm 1,5$
Масова частка нітратів, мг/кг	18 - 65535	0,1; 1	Визначається методикою вимірювання
Масова концентрація нітратів мг/дм <sup>3</sup>	3 - 31000	0,1; 1	$\pm 10\%$ (в атестованих зразках)

**Хід роботи**

Наважку 10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять у стакан гомогенізатора, додають 50 см<sup>3</sup> розчину

алюмокалієвих галунів з масовою часткою 1% і гомогенізують протягом 1 хвилини. При відсутності гомогенізатора використовують мішалку (тривалість перемішування 3 хвилини). Одержану суспензію використовують для визначення концентрації іонів нітрату.

При аналізі рослинної продукції родини хрестоцвітих 10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку переносять у стакан на 100 см<sup>3</sup>, додають 50 см<sup>3</sup> екстракційного розчину алюмокалієвих галунів і перемішують протягом 3...5 хвилин. Після цього додають по краплям (2...3 краплі) розчину пероксиду водню з масовою часткою 30% до знебарвлення розчину. В одержаній суспензії визначають концентрацію іонів нітрату.

*Вимірювання показника концентрації нітрат-іонів ( $pC_{NO_3}$ ).* Вимірювання концентрації іонів нітрату проводять в одиницях  $pC_{NO_3}$  за шкалою приладу. Після градування приладу електроди ретельно промивають дистильованою водою, видаляють краплі води, доторкаючись фільтрувальним папером, і занурюють у досліджувану пробу. Покази приладу фіксують не раніше, ніж через хвилину після припинення дрейфу стрілки. При переході від однієї проби до іншої, електроди так само промивають дистильованою водою. Температура досліджуваних проб і градуювальних розчинів повинна бути однаковою.

#### **Порядок виконання вимірювання:**

1. На нітратомірі (рис.13.1) натискають кнопку РЕЖИМ до появи на табло  $pC_{NO_3}$
2. Занурюють електроди і підготовлену пробу чи воду (сік, коктейль, стандартний зразок). Натискають кнопку ПУСК.
3. Щоб виконати ще одне вимірювання  $pC_{NO_3}$  досліджуваної проби натискають двічі кнопку ПУСК, щоб вийти з режиму вимірювання показника концентрації  $pC_{NO_3}$  – натиснути кнопку ПУСК один раз.

#### **Вимірювання масової частки нітратів (масової концентрації нітратів):**

1. Натискають кнопку РЕЖИМ, щоб з'явилося на табло – КОНЦЕНТРАЦІЯ.
2. Натискають кнопку ПУСК. Вибрати кнопкою РЕЖИМ ознаку вологості продукту, з якого виготовлена проба – «В1», «В2», «В3»:  
«В1» означає, що вимірювання виконують у пробі з продукту, що містить 80% води.  
«В2» означає, що вимірювання виконують у пробі продукту, що містить до 90% води.  
«В» означає, що вимірювання виконують у пробі води, соку чи коктейлю (до 100% води)
3. Занурити електроди в пробу й натиснути кнопку ПУСК. По закінченню вимірювання на табло з'явиться значення концентрації, мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>).
4. Натиснути кнопку ПУСК, щоб закінчити вимірювання.

Якщо для аналізу використовували наважку подрібненої проби, то масовий вміст нітратів у досліджуваному матеріалі (X) в мг/кг визначають за формулою:

$$X = \frac{(V + \omega \cdot m / 100 \cdot \rho) \cdot 10^{-pC(NO_3^-)} \cdot 62 \cdot 10^6}{1000 \cdot m}$$

де 62 – молярна маса іону нітрату, г/моль;

m – наважка проби, яка взята для аналізу, г;

V – об'єм екстрагуючого розчину, см<sup>3</sup>;

10<sup>-pC(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)</sup> – концентрація нітрату у витяжці, моль/дм<sup>3</sup>; 1000 – коефіцієнт переведення см<sup>3</sup> в дм<sup>3</sup>;

ω – масова частка води в пробі, %;

100 – коефіцієнт перерахунку з відсотків;

ρ – густина води, г/см<sup>3</sup>;

10<sup>6</sup> – коефіцієнт перерахунку в мг/кг.

Якщо взяти до уваги, що V = 50 см<sup>3</sup>, m = 10 г і провести відповідні скорочення та перетворення, формула для розрахунку набуває вигляду:

$$X = (50 + \frac{\omega}{10}) \cdot 10^{-pC(NO_3^-)} \cdot 6200$$

Розрахунки за наведеними рівняннями можна виключити, якщо використовувати таблиці переведення величин pC<sub>NO<sub>3</sub></sub> в масову частку нітратів в аналізованому зразку.

Таблиці 13.2 та 13.3 складені з врахуванням вмісту вологи в різних рослинах.

Таблиця 13.2

**Переведення значення pC<sub>NO<sub>3</sub></sub> в масовий вміст нітратів в(мг/кг) при аналізі витяжки з картоплі, буряку столового, цибулі (ріпчастої), винограду (m : V = 1 : 5)**

pC <sub>NO<sub>3</sub></sub>	Соті частки pC <sub>NO<sub>3</sub></sub> (м.ч.нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8050	7867	7688	7513	7342
1,7	7176	7012	6852	6696	6544	6395	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4944	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3765	3680
2,0	3526	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2985
2,1	2856	2791	2728	2668	2605	2546	2488	2431	2376	2327
2,2	2269	2217	2161	2107	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1590	1584	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	496	485	474	463

2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

Таблиця 13.3

**Переведення значення  $pC_{NO_3}$  в масовий вміст нітратів в(мг/кг) при аналізі витяжок з капусти, моркви, томатів, огірків, дині, кавунів, перцю, кабачків, зеленних культур, яблук, груш (m V = 1:5)**

$pC_{NO_3}$	Соті частки $pC_{NO_3}$ (м.ч.нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8050	7867	7688	7513	7342
1,7	7176	7012	6852	6696	6544	6395	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4944	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3765	3680
2,0	3526	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2985
2,1	2856	2791	2728	2668	2605	2546	2488	2431	2376	2327
2,2	2269	2217	2161	2107	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1590	1584	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	496	485	474	463
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3

3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

pCNO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Соті частки pCNO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (м.ч. нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9188	8979	8775	8575	8380	8189	8003	7821	7643	7439
1,7	7299	7133	6970	6812	6656	6505	6357	6112	6071	5933
1,8	5798	5666	5537	5411	5287	5157	5049	4935	4822	4712
1,9	4605	4500	4398	4298	4200	4104	4011	3920	3830	3743
2,0	3658	3575	3493	3414	3336	3260	3183	3113	3043	2973
2,1	2906	2840	2775	2712	2650	2590	2531	2473	2417	2362
2,2	2308	2256	2204	2154	2105	2057	2010	1964	1920	1876
2,3	1833	1792	1751	1711	1672	1634	1597	1560	1525	1490
2,4	1456	1423	1391	1359	1328	1298	1268	1239	1211	1184
2,5	1157	1130	1105	1080	1055	1031	1007	985	962	940
2,6	919	898	877	858	838	819	800	782	764	747
2,7	730	719	697	681	666	650	636	621	607	593
2,8	580	567	554	541	529	517	505	493	482	471
2,9	461	450	440	430	420	410	401	392	383	374
3,0	366	357	349	341	334	326	319	311	304	297
3,1	291	284	279	272	265	259	253	247	242	236
3,2	231	226	220	215	210	206	201	196	192	183
3,3	183	179	175	171	167	163	160	156	152	149
3,4	146	142	139	136	133	130	127	124	121	118
3,5	116	113	110	108	105	103	100	98	96	94
3,6	91,9	89,8	87,7	85,8	83,8	81,9	80,0	78,2	76,4	74,7
3,7	73,0	71,3	69,7	68,1	66,6	65,0	63,6	62,1	60,7	59,3
3,8	58,0	56,7	55,4	54,1	52,9	51,7	50,5	49,3	48,2	47,1
3,9	46,1	45,0	44,0	43,0	42,0	41,0	40,1	39,2	38,3	37,4
4,0	36,6	35,7	34,9	34,1	33,4	32,6	31,9	31,1	30,4	29,7

Отримані результати аорівняйте зі значеннями максимального рівня нітратів у харчових продуктах таблицю 13.4.

Таблиця 13.4

**Максимальні рівні нітратів у харчових продуктах**

№	Харчові продукти	Максимальні рівні, мг NO <sub>3</sub> /кг	
1	Свіжий шпинат ( <i>Spinacia oleracea</i> )	Захищений ґрунт	3000,0
		Відкритий ґрунт	2000,0
2	Консервований, заморожений або свіжоморожений шпинат		2000,0

3	Свіжий салат-латук ( <i>Lactuca sativa</i> L.), вирощений у захищеному і у відкритому ґрунті	Врожай у період з 01 жовтня по 31 березня: латук, вирощений у захищеному ґрунті  латук, вирощений у відкритому ґрунті Врожай у період з 01 квітня по 30 вересня: латук, вирощений у захищеному ґрунті  латук, вирощений у відкритому ґрунті	3000,0  2000,0 3000,0  2000,0
4	Салат-латук "Айсберг"	Латук, вирощений у захищеному ґрунті Латук, вирощений у відкритому ґрунті	2500,0 2000,0
5	Рукола( <i>Eruca sativa</i> , <i>Diplotaxis sp.</i> , <i>Brassica tenuifolia</i> , <i>Sisymbrium tenuifolium</i> )	Врожай у період з 01 жовтня по 31 березня Врожай у період з 01 квітня по 30 вересня	7000,0 6000,0
6	Перероблені продукти харчування, основу яких становлять злаки, і дитяче харчування для дітей грудного віку (0-1 рік) та раннього віку (1-3 роки)		200,0
	Дитяче харчування: плодово-ягідні консерви, плодово-молочні суміші на фруктовій основі		50,0
	Плодоовочеві консерви, овоче-молочні суміші на овочевій основі		100,0
7	Картопля		250,0
8	Капуста білокачанна	Рання (до 01 вересня) Пізня	900,0 500,0
9	Морква	Рання (до 01 вересня) Пізня	400,0 250,0
10	Томати		150,0
11	Огірки	Захищений ґрунт Відкритий ґрунт	300,0 150,0
12	Буряк столовий		1400,0
13	Цибуля ріпчаста		80,0
14	Цибуля-перо	Захищений ґрунт Відкритий ґрунт	800,0 600,0
15	Листові овочі (салати, шпинат, щавель, капуста салатна, петрушка, селера, кінза, кріпт)	Захищений ґрунт Відкритий ґрунт	3000,0 2000,0
16	Дині		90,0
17	Кавуни		60,0
18	Перець солодкий	Захищений ґрунт Відкритий ґрунт	400,0 200,0
19	Кабачки		400,0
20	Гарбузи (для виготовлення консервів для дитячого харчування)		200,0
21	Яблука		60,0
22	Груші		60,0
23	Виноград столових сортів		60,0

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №14

### Визначення вмісту нітрати в рослинній сировині та продукції фотометричним методом.

**Принцип методу.** Суть методу полягає в екстракції нітратів з продукту, відновленні їх до нітритів на кадмієвій колонці (рис.14.4) з подальшим фотометруванням розчину азосполук, утворених при взаємодії нітритів з ароматичними амінами.

Фотометричні методи визначення концентрації розчинів базуються на порівнянні поглинання чи пропускання світла стандартними та досліджуваними розчинами. Ступінь поглинання світла розчином, який фотометрується, вимірюють за допомогою фотоколориметрів і спектрофотометрів. Вимірювання оптичної густини стандартного і досліджуваного забарвлених розчинів завжди проводять за відношенням до розчину порівняння нульового (контрольного) розчину.

В якості розчину порівняння можна використовувати аліквотну частину досліджуваного розчину, що містить всі додані компоненти, крім реагенту, що утворює з досліджуваною речовиною забарвлені сполуки. Якщо введений реагент і всі інші компоненти розчину порівняння безбарвні і, відповідно, не поглинають променів у видимій області спектра, тому в якості розчину порівняння можна використовувати дистильовану воду. Для фотометричного вимірювання використовуються дві основні групи приладів:

- Спектрофотометри (рис. 14.1);
- Фотоколориметри (рис. 14.2).

У колориметрах необхідний спектральний діапазон обирається за допомогою світлофільтрів, що обмежують ділянки спектра, в яких можуть проводитись вимірювання.

У спектрофотометрах ділянки спектра виділяються за допомогою призми чи дифракційних решіток, що дозволяє обирати будь-яку довжину хвилі у заданому діапазоні.

Фотоелектроколориметр – це оптичний прилад, у якому монохроматизація потоку випромінювання здійснюється з використанням світлофільтрів.



Рисунок 14.1 – Спектрофотометр



Рисунок 14.2 – Фотоколориметр

При визначенні концентрації речовини в розчині за допомогою калібрувального графіку слід дотримуватися наступної послідовності дій:

- вибрати світлофільтр;
- вибрати кювету;
- побудувати калібрувальну криву;
- виміряти оптичну густину досліджуваного розчину і визначити його концентрацію, використовуючи градувальну криву.

Проведення аналізу починають з вибору світлофільтру. Наявність в колориметрі вузла світлофільтрів і набору кювет дозволяє підібрати таке їхнє сполучення, за якого похибка під час визначення концентрацій буде мінімальною.

Якщо спектральні характеристики забарвленої речовини невідомі, світлофільтр для роботи можна вибрати самостійно. У видимій частині спектру видимий колір є результатом виборчого поглинання певної ділянки спектру білого світла. Колір розчину є додатковим до кольору поглинання випромінювання, тому вимір поглинання варто проводити в додатковій для кольорової реакції області спектру. Так, якщо розчин забарвлений у синьо-зелений колір, то потрібно вимірювати поглинання цим розчином червоного кольору (табл.14.1.).

Більш точний вибір світлофільтра здійснюється наступним чином. Наливають зафарбований розчин у кювету і визначають оптичну щільність для всіх світлофільтрів.

За отриманими даними будують криву, відкладаючи по горизонтальній вісі довжини хвиль, що відповідають максимуму коефіцієнту пропускання світлофільтрів (див. табл.14.1.), а по вертикальній вісі – відповідні значення оптичної густини розчину.

Таблиця 14.1.

**Довжина хвилі відповідного кольору поглинання та видимого**

Інтервал довжин хвиль поглинання вимірювання, нм	Колір поглинаємого випромінювання	Видимий колір
400 – 450	фіолетовий	жовто-зелений
450 – 480	синій	жовтий
400 – 550	синьо-зелений	помаранчовий
500 – 560	зелений	червоно-пурпурний
400– 610	синьо-зелено-жовтий	червоний
450 – 650	зелено-жовто-червоний	пурпурний
625 – 750	червоний	синьо-зелений

Відзначають ту ділянку кривої, для якого виконуються наступні умови:

- оптична густина має максимальну величину;



- хід кривої приблизно рівнобіжний горизонтальній вісі, тобто оптична щільність мало залежить від довжини хвилі.

Світлофільтр для роботи обирається таким чином, щоб довжина хвилі відповідала максимуму коефіцієнту пропускання світлофільтру, припадала на відмічену вище ділянку спектральної кривої досліджуваного розчину. Якщо ці умови виконуються для декількох світлофільтрів, то потрібно обрати той з них, для якого чутливість колориметра вища.

*Вибір кювети.* Попередній вибір кювет проводиться візуально, виходячи із інтенсивності забарвлення розчину. Якщо розчин інтенсивно забарвлений (темний), слід використовувати кювети з меншою довжиною оптичного шляху (1...5 мм). У випадку слабого забарвлення розчинів виміри проводять у кюветах з великою довжиною оптичного шляху (20...50 мм).

*Побудова калібрувального графіку і визначення концентрації.* Для визначення вмісту речовини методом калібрувального графіку готують серію із 5...8 стандартних розчинів різних концентрацій (не менше 3 паралельних розчинів для кожної точки). При виборі інтервалу концентрацій стандартних розчинів керуються наступними положеннями:

а) він повинен охоплювати область можливих змін концентрації досліджуваного розчину; бажано, щоб оптична густина досліджуваного розчину відповідала приблизно середині калібрувального графіку;

б) бажано, щоб у цьому інтервалі концентрацій за обраної товщини кювети та аналітичної довжині хвилі  $\lambda$  виконувався основний закон світлопоглинання, тобто графік  $A = f(C)$  був лінійним;

в) інтервал робочих значень  $\lambda$ , що відповідає інтервалу стандартних розчинів, повинен забезпечувати максимальну відтворюваність результатів вимірювань.

При сукупності перерахованих умов вимірюють оптичні густини і стандартних розчинів щодо розчинника і будують графік залежності  $A = f(C)$ .

Отримана крива називається калібрувальною і має вид прямої, що починається із початку координат. Екстраполювати калібрувальну пряму до значень оптичних густин, що знаходяться вище останньої експериментально отриманої точки, не рекомендується. Графік, побудований при роботі на одному приладі, не можна використовувати для розрахунків результатів, отриманих на іншому.

*Опрацювання результатів.* Визначивши оптичну густина дослідженого розчину  $A_x$ , знаходять її значення на вісі ординат, а потім на вісі абсцис – відповідне їй значення концентрації  $C_x$ .

Цей метод застосовують при виконанні серійних фотометричних аналізів. Він дає відтворювані результати при дотриманні основного закону світлопоглинання.

На відміну від інших фотометричних методів метод калібрувального графіку дозволяє визначити концентрацію зафарбованих розчинів навіть у тих випадках, коли основний закон світлопоглинання не дотримується.

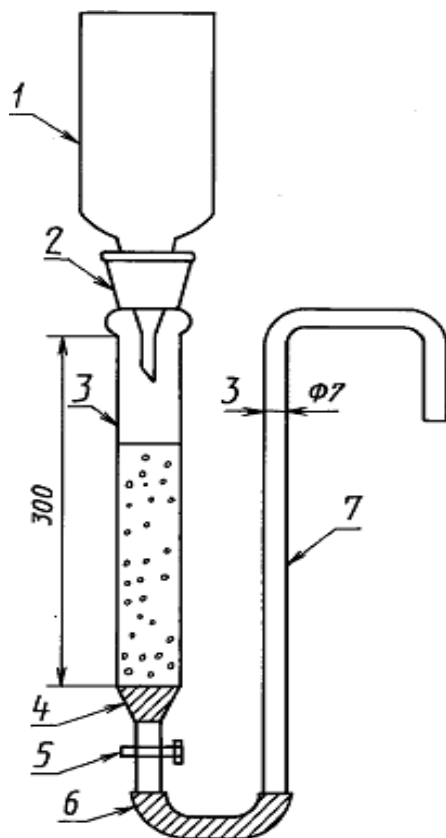
Для побудови калібрувального графіку в цих випадках готують значно більшу кількість стандартних розчинів, що відрізняються один від одного за

концентрацією не більше, ніж на 10 %. Такий калібрувальний графік має на пологій ділянці кут нахилу не менше 15°С, все ж дозволяє проводити фотометричні вимірювання, незважаючи на те, що між концентрацією розчину і його оптичною густиною немає лінійної залежності. Відтворюваність визначень у цьому випадку нижча, ніж у випадку лінійної залежності  $A = f(C)$ .

Фотометричний метод визначення нітритів та нітратів після відновлення останніх до нітритів. Фотометричний метод визначення нітритів та нітратів виконується у спеціально обладнаній лабораторії. Він потребує набору реактивів та підготовленого для аналітичної роботи персоналу. Суть його полягає в переведенні нітрат іонів у нітрит іони, які з певними реагентами дають забарвлені сполуки. Нітрати до нітритів відновлюються за допомогою цинку, міді або кадмію, а також гідразинсульфату. Він ґрунтується на взаємодії нітриту з ароматичними амінами з утворенням діазонової солі, яка вступає в реакцію азотовмісних сполук з "парним реагентом", що й призводить до утворення забарвленого розчину.

**Дослід 1. Методом Грісса.** Будучи досить вивченим та експериментально відпрацьованим, цей метод в певній мірі є класичним. Його застосування дає змогу надійно визначити від 1 до 5 мг нітратів та 0,1...0,5 мг нітритів в 1 кг продукції. Аналіз ґрунтується на обробці досліджуваного розчину спеціальним реактивом, що змінює інтенсивність його забарвлення залежно від концентрації нітратів.

Ступінь забарвлення вимірюють електронним приладом – фотоколориметром або спектрофотометром.



- 1– скляна кадмієва колонка;
- 2– з'єднання на шліфу або резинова пробка;
- 3– скляна трубка;
- 4– резинова сполучна трубка;
- 5 – кран;
- 6 скляна вата

Рис 14.3. – Установа для відновлення нітратів

Фотометричний метод визначення нітритів одержав найширше визнання, але він є довготривалим та трудомістким у підготовці. Цей метод більш універсальний, ніж іонометричний, і може застосовуватися для контролю нітратів в будь-якій продукції, включаючи і ту, що пройшла технологічну або кулінарну переробку.

**Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви:** ваги лабораторні; фотоелектроколориметр з зеленим світлофільтром кюветою робочою довжиною 10 мм; сушильна шафа; гомогенізатор або подрібнювач; іономір з виміром рН до 14; папір фільтрувальний; водяна баня; піпетки на 1, 2, 5, 10, 20,

25 см<sup>3</sup>; колби мірні на 50, 100, 250, 500, 1000 см<sup>3</sup>; кристалізатор; стакани хімічні; колба конічна на 250 см<sup>3</sup>; воронка лабораторна; ложка фарфорова; палочки скляні; установка для відновлення нітратів (рис.14.3) що складається з скляної колонки, збірником місткістю 50 см<sup>3</sup> з відтягнутим капіляром (внутрішній діаметр 1...1,5 мм), скляної трубки з внутрішнім діаметром приблизно 3 мм та резинової трубки, для з'єднання; робочий розчин азотистоокислого натрію для підготовки градуювального графіку (основний розчин азотистоокислого натрію, містить 2 мг нітрит іона в 1 см<sup>3</sup>: 0,3000 г азотнокислого натрію вносять в мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup>, розчиняють у воді, доводять об'єм розчину до мітки водою і перемішують.

Робочий розчин азотистоокислого натрію, що містить 2 мкг нітрит іона в 1 см<sup>3</sup> готують наступним чином: піпеткою вносять 10 см<sup>3</sup> основного розчину азотистоокислого натрію в мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup>, доводять об'єм розчину до мітки водою і перемішують. Розчин не стійкий, його готують в день проведення аналізу);

**Реактив Грісса** (розчиняють 2,10 г сульфанілової кислоти в 250 см<sup>3</sup> розчину оцтової кислоти при нагріванні на киплячій бані. Розчиняють 0,5210 г 1-нафтиламін гідрохлориду в 30 см<sup>3</sup> води при нагріванні на киплячій водянній бані. Цей розчин ще гарячим виливають в 200 см<sup>3</sup> розчину оцтової кислоти. З'єднують ці два розчини, в мірній колбі на 500 см<sup>3</sup>, доводять до мітки розчином оцтової кислоти, перемішують, і якщо необхідно – фільтрують (реактив Грісса). Реактиви готують не пізніше чим за день до застосування, зберігають у темному склі в холодильнику і використовують протягом 14 днів).

**Реактив Карреза 1:** 106,0 г залізоціаністого калію розчиняють у воді і доводять об'єм розчину до 1000 см<sup>3</sup> водою.

**Реактив Карреза 2:** 220,0 г оцтовокислого цинку розчиняють у суміші води з 30 см<sup>3</sup> льодяної оцтової кислоти і доводять об'єм розчину до 1000 см<sup>3</sup> водою;

**Насичений розчин бури:** 50,0 г тетраборного натрію розчиняють в 1000 см<sup>3</sup> гарячої води та охолоджують до кімнатної температури.

**Аміачний буферний розчин рН 9,6...9,7:** 50 см<sup>3</sup> концентрованої соляної кислоти вносять в 500 см<sup>3</sup> води, перемішують, додають 10,0 г трилона Б і 135 см<sup>3</sup> концентрованого аміаку, доводять об'єм до 1000 см<sup>3</sup> водою, перемішують, перевіряють рН потенціометрично), за необхідності доводять до рН 9,6...9,7.

### Хід роботи

Спочатку здійснюють підготовку необхідних розчинів, реактивів, посуду,

відновлюючої властивості кадмієвої колонки для роботи.

*Підготовка градувального графіку.* У шість мірних колб об'ємом 50 см<sup>3</sup> кожна, піпеткою вносять 0, 2, 5, 10, 15 і 20 см<sup>3</sup> робочого розчину азотистокиислового натрію. Для отримання забарвлення використовують або реактив НЕДА і сульфаніламід, або реактив Грісса.

*Проведення реакції з реактивом Грісса.* У кожен колбу вносять піпеткою 10 см<sup>3</sup> реактиву Грісса, доводять до мітки водою, перемішують і витримують у темному місці 25 хв. Після витримки (не більше 1 год.) визначають оптичну густину розчину на спектрофотометрі при довжині хвилі 538 нм або на фотоелектроколометрі з зеленим світлофільтром Контролем служить розчин без вмісту нітратів. За отриманими даними будують градувальний графік в системі координат: по осі абсцис – концентрація нітрит іона (0; 0,08; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80 мкг/см<sup>3</sup>), по осі ординат – відповідні значення показників оптичної густини.

У залежності від очікуваного вмісту нітратів у харчовому продукті, обирають масу наважки досліджуваного продукту, об'єм фільтратів та елюатів, які використовують у ході аналізу, відповідно таблиці 14.2.

Таблиця 14.2.

**Відвідний вміст продукту з фільтратом та елюатом**

Очікуваний вміст нітратів, мг/кг	Наважка проби, г	Об'єм фільтрату для відновлення нітратів на колонці, см <sup>3</sup>	Об'єм елюату для кольорової реакції, см <sup>3</sup>
5...75	20	20	20
75...300	20	20	10
300...600	20	10	10
600...1400	10	10	10
1400...2500	10	10	5

*Приготування фільтрату.* Наважку досліджуваного продукту, поміщають у хімічний стакан, кількісно переносять за допомогою 100 см<sup>3</sup> теплої води (близько 60°C) у мірну колбу на 250 см<sup>3</sup>, додають 5 см<sup>3</sup> розчину бури і 20 см<sup>3</sup> буферного розчину, перемішують і додають поступово по 5 см<sup>3</sup> розчину Карреза 1 і Карреза 2, струшують після кожного додавання. Витримують 15 хв на водяній бані при температурі 60°C. Охолоджують, доводять об'єм розчину до мітки, фільтрують. Фільтрат використовують для подальшого дослідження.

*Контрольний розчин на реактиви.* Проводять аналогічно, але замість наважки продукту додають воду.

*Визначення нітратів.* У хімічний стакан вносять 10 або 20 см<sup>3</sup> фільтрату і 5 см<sup>3</sup> буферного розчину, суміш переносять у збірник колонки і пропускають через шар кадмію. Елюат з колонки збирають у мірну колбу на 100 см<sup>3</sup>. Стакан і збірник промивають двома порціями води по 15 см<sup>3</sup> і воду також пропускають через шар кадмію. Потім заповнюють збірник водою і продовжують елюювання (вилучення речовини з твердого носія в ході розділення шляхом вимивання його відповідним розчинником). Встановлюють швидкість елюювання 3..5

см<sup>3</sup>/хв. Збирають близько 100 см<sup>3</sup> елюату, доводять об'єм до мітки водою і перемішують (досліджуваній елюат). Для отримання контрольного елюату, замість фільтрату через кадмієву колонку пропускають контрольний розчин, той який готується на воді).

у дві мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> кожна, вносять: в одну – 5...20см<sup>3</sup> досліджуваного елюату, в другу – такий же об'єм контрольного елюату і проводять визначення з реактивом Грісса.

Реакції синтезу червоно-фіалкової діазосполуки з сульфанілової кислоти при дії нітрит-іону у кислому середовищі та наступної взаємодії утвореного катіону *n*-сульфобензолдіазонію  $\alpha$ -нафтиламіном

За вимірюваним значення оптичної густини розчину використовують градувальний графік визначають масову концентрацію нітритів у мікрограмах в 1 см<sup>3</sup> досліджуваного розчину (с).

*Визначення нітритів.* У дві мірні колби по 50 см<sup>3</sup> кожна, вносять відповідно 20 см<sup>3</sup> фільтрату і 20 см<sup>3</sup> контрольного розчину і проводять кольорову реакцію або з реактивом Грісса.

Вимірюють оптичну густину розчину по відношенню до контрольного.

Примітка! У випадку одержання інтенсивно зафарбованих фільтратів із продуктів, що містять антоціанові пігменти (слива, вишня, черешня і т.і.) при фотометру ванні замість контрольного розчину – використовують розчин, який готують наступним чином: до 20 см<sup>3</sup> фільтрату додають 5 см<sup>3</sup> розчину сульфанілової кислоти, доводять об'єм до 50 см<sup>3</sup> і перемішують. За знайденим значенням оптичної густини за допомогою градувального графіку визначають масову концентрацію нітритів в мікрограмах в 1 см<sup>3</sup> дослідного розчину(с1).

#### **Опрацювання результатів, визначення похибки.**

Вміст нітратів у продукті *X*, мг/кг, (з розрахунку на нітрат іон) визначають по формулі:

$$X = 1,348 \left( \frac{C \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot V_3}{m \cdot V_4 \cdot V_5} - \frac{C_1 \cdot V_1 \cdot V_2}{m \cdot V_6} \right)$$

де 1,348 – коефіцієнт перерахунку нітритів у нітрати, що дорівнює молекулярній масі нітрат-іона  $M(NO_3^-)$  до молекулярної маси нітрит-іона  $M(NO_2)$ ;

*c* – масова концентрація нітрит-іона, знайдена за градувальним графіком, мг/см<sup>3</sup>;

*V*<sub>1</sub> – загальний об'єм екстракту, см<sup>3</sup> (*V*<sub>1</sub>=250 см<sup>3</sup>);

*V*<sub>2</sub> – загальний об'єм колориметруючого розчину, см<sup>3</sup> (*V*<sub>2</sub>=50 см<sup>3</sup>);

*V*<sub>3</sub> – загальний об'єм елюату, см<sup>3</sup> (*V*<sub>3</sub>=100 см<sup>3</sup>);

*c*<sub>1</sub> – масова концентрація нітрит-іона, знайдена за градувальним графіком, мг/см<sup>3</sup>;

*m* – маса наважки проби продукту взятого на аналіз, г;

*V*<sub>4</sub> – об'єм фільтрату, взятого на колонку для відновлення, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>5</sub> – об'єм елюату, взятого на кольорову реакцію, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>6</sub> – об'єм фільтрату, взятого для кольорової реакції, см<sup>3</sup>;

За кінцевий результат аналізу приймають середньоарифметичний результат

двох паралельних значень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 15% по відношенню до середньоарифметичного.

## **Дослід 2. Визначення вмісту нітратів за допомогою реактиву ДФА**

Даний метод є напівкількісний з використанням реактиву ДФА (дифеніламіну). Метод може бути використаний для аналізу рослинної продукції як початковий, результати його не можуть бути підставою для відбракування продукції.

Сутність методу полягає у візуальній оцінці забарвлених сполук, які утворюються при взаємодії нітратів з розчином дифеніламіну  $(C_6H_5)_2NH$  розчинений у концентрованій сірчаній кислоті. Під впливом нітратів дифеніламін змінює забарвлення на синє. Нижня межа виявлення нітратів у пробі, яка аналізується, складає 100 мг/кг. Метод може бути використаний при визначенні нітратів в усіх рослинних продуктах. Оцінку концентрації нітратів у пробі проводять шляхом візуального порівняння інтенсивності забарвлення розчинів порівняння і соку зразків продуктів, які аналізуються.

**Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви:** пробірки, піпетки, розчин дифеніламін в сірчаній кислоті, фільтрувальний папір.

### **Порядок виконання роботи.**

До 1 мл пробі води або соку рослин додають кілька краплин розчину дифеніламіну в сірчаній кислоті. За зміною забарвлення робимо висновок про вміст нітратів: за відсутності нітратів зміна кольору не спостерігається, при незначній концентрації нітратів з'являється світло-блакитне забарвлення, при вищій концентрації нітратів розчин набуває синього кольору (табл.14.3).

Залежність кольору розчину дифеніламіну від концентрації нітратів наведена у табл.14.3.

Таблиця 14.3.

### **Залежність кольору дифеніламіну від концентрації нітратів**

Забарвлення розчину	Концентрація нітратів
Світло-блакитне	> 0,001 мг/л
Блакитне	> 1 мг/л
Синє	> 100мг/л

Точно визначити вміст нітратів за допомогою цього методу неможливо, проте він дозволяє порівняти вміст нітратів у досліджуваних зразках.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №15

### Визначення нітритів та нітратів у картоплі, фруктах та овочах за допомогою експерс методів (на прикладі напівкількісних тест-полосок QUANTOFIX® Nitrite)

Цей тест дозволяє проводити просте і надійне визначення нітратів і нітритів у розчинах. Легка процедура "занурюй і читай" видає надійний результат за 1 хвилину. У фермерському господарстві використовують ці тести для моніторингу вмісту азоту в ґрунті, щоб розрахувати дозу добрив. Даний метод є напівкількісним, колір реакції: від білого до червоно-фіолетового. Межа чутливості: 0-10-25-50-100-250-500 мг/л  $\text{NO}_2^-$ ; 0-1-5-10-20-40-80 мг/л  $\text{NO}_3^-$ .

**Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви:** тест-смужки, фільтрувальний папір.

#### Порядок виконання роботи.

Перевірка картоплі:

- Розрізати картоплину та притиснути полоску для визначення нітратів.
- Потім скласти дві половинки картоплини разом, так щоб тест-полоска добре прилипла до м'якоти;
- Забрати тест-полоску з картоплини через декілька секунд.
- Через 60 секунд порівняти колір тест-полоски з кольоровою шкалою.
- Червоно-фіолетове забарвлення тест-полоски показує наявність нітратів.



Перевірка фруктів та овочів:

- Розрізати плід навпіл та притиснути полоску для визначення нітратів.
- Потім притиснути тест-полоску до середини плода так, щоб сік проникнув у полоску.
- Забрати тест-полоску з картоплини через декілька секунд.
- Через 60 секунд порівняти колір тест-полоски з кольоровою шкалою.
- Червоно-фіолетове забарвлення тест-полоски показує наявність нітратів.



Отримані результати під час дослідження вносять у таблицю 15.1.

**Аналіз одержаних результатів. Висновки і рекомендації**

Отримані результати в ході лабораторних досліджень щодо вмісту нітратів у харчових продуктах за допомогою іонметра, фотометричним методом, реактивом ДФА, тест-полосок заносять до таблиці 15.1.

Таблиця 15.1.

**Результати порівняння вмісту нітратів у досліджуваних зразках**

Назва досліджуваного продукту	ГДК, мг NO <sub>3</sub> /кг	Фактичні показники концентрації, мг NO <sub>3</sub> /кг, за допомогою методів...				Висновок про відповідність вимогам НД
		іонетричний	фотометричний	реактивом ДФА	тест-полосок	



## СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Основи експертизи продовольчих товарів: Навч. посібник для ВУЗів /В. Д. Малигіна, Л.Д. Титаренко, Л.В. Породіна, Т.О.Лихоніна та ін. — К.: Кондор, — 2009р. — 296с.
2. *Смоляр В.І.* Харчова експертиза. — К.: Здоров'я, 2005. — 456с.
3. *Воронов С.А., Стецишин Ю.Б., Панченко Ю.В., Васильєв В.П.* Токсикологічна хімія харчових продуктів та косметичних засобів. Львів: Видавництво Львівська політехніка, 2010. -316 с.
4. Теоретичні основи безпеки харчових продуктів [Електронний ресурс]:лаборант. практикум / уклад.: С.І. Усатюк, Д.Д. Харгелія, К.В. Золотоверх. — К.: НУХТ, 2017. — 56 с.
5. *Домарецький В.А.* Екологія харчової сировини і продуктів харчування : Навч. посібн. для студ. техн. ВНЗ /В.А.Домарецький — К .: НУХТ, 1994. — 343 с.
6. Безвредность пищевых продуктов // *под редакцией Говарда Р. Робертса* // (перевод с английского) - М.: Агропромиздат, — 1986 г.
7. *Донченко Л.В., Надыкта В.Д.* Безопасность пищевого сырья и продуктов питания. — М.:Пищепромиздат, 1999.— 352 с.
8. *Дубініна А., Малюк Л., Селютіна та інші.* Токсичні речовини у харчових продуктах та методи їх визначення: Підручник. —Київ.: ВД. Професіонал, -2007. -384 с.
9. *Донченко Л.В., Надыкта В.Д.* Безопасность пищевого сырья и продуктов питания. — М.:Пищепромиздат, 1999.—352 с.
10. *Димань Т.М.* Безпека продовольчої сировини і харчових продуктів / Т.М. Димань Т.Г. Мазур. — К.: ВЦ “Академія”. 2011. — 520 с.

Уміщено вказівки до виконання самостійної роботи з навчальної дисципліни «ТЕХНОЛОГІЧНА ЕКСПЕРТИЗА БЕЗПЕЧНОСТІ ХАРЧОВОЇ ПРОДУКЦІЇ» для студентів спеціальності 181 «Харчові технології» ступеня магістр. Для студентів ДНУ, які навчаються за спеціальністю «Харчові технології».

**МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ  
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ  
ІЗ ДИСЦИПЛІНИ  
«ТЕХНОЛОГІЧНА ЕКСПЕРТИЗА БЕЗПЕЧНОСТІ ХАРЧОВОЇ  
ПРОДУКЦІЇ»**

Ухвалено на вченій раді хімічного факультету  
протокол № 10 від 11 липня 2022 р

Укладачі:

доц. Чернушенко О.О.  
проф. Пешук Л.В.  
доц. Мацук Ю.В.  
доц. Новік Г.В.  
ас. Чернявська А.Ю.  
ас. Савченко А.  
Кожемяка О.В.

---

Підписано до друку 12. Формат 60x84/16. Папір друкарський.  
Друк плоский. Ум. друк. арк. 1,9 . Ум. фарбовідб. 1,9.  
Обл.- вид. арк. .Тираж 100 пр. Зам. №

---

РВВ ДНУ, просп. Гагаріна, 72, м. Дніпро, 49010.  
Друкарня ДНУ, вул. Наукова, 5, м. Дніпро, 49050