

Кафедра харчової
біотехнології та хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторної роботи на тему:
«Визначення хімічних елементів у біологічному матеріалі»
з курсу
«Біологічно активні сполуки в харчових продуктах»
для студентів денної форми навчання
Напряму підготовки: 6.051702 "Технологічна експертиза та безпека
харчової продукції"

Тернопіль 2017 рік

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи на тему: «Визначення хімічних елементів у біологічному матеріалі» з курсу «Біологічно активні сполуки в харчових продуктах» для студентів денної форми навчання напряму підготовки _6.051702 "Технологічна експертиза та безпека харчової продукції"- Тернопіль: ТНТУ, 2017 - 12с.

Укладачі: ст. викл. Джур Я.Б.

Рецензент: д.б.н., проф. Покотило О.С.

Відповідальний за випуск ст. викладач Джур Я.Б.

Методичні вказівки розглянуті і затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології та хімії

Протокол № 7 від 18.05.2017р.

Схвалені засіданням методичної ради факультету машинобудування і харчових технологій ТНТУ ім. І.Пулюя.

Протокол № 8 від 25.05.2017р.

Лабораторна робота №4

Тема: Визначення хімічних елементів у біологічному матеріалі.

Мета: Якісне та кількісне визначення хімічних елементів у біологічному матеріалі

Теоретична частина

Кількість і склад мінеральних речовин впливає на біологічну та фізіологічну цінність харчових продуктів. А також на сортність та ступінь очищення продуктів. Особливо важливе їх визначення набуває в зв'язку з підвищеним вмістом солей важких металів у сучасній харчовій сировині та напівфабрикатах.

З мінеральних речовин складається плоть живих організмів. Ряд елементів відноситься до біогенних елементів або макронутрієнтів. Це Нітроген, Карбон, Гідроген, Оксиген, Сульфур, Фосфор. Органічні речовини людського організму, такі як жири, білки, вуглеводи, гормони, вітаміни, ферменти складаються саме з цих макронутрієнтів. До інших макроелементів відносяться: Магній, Кальцій, Калій, Хлор, Натрій.

Можна з упевненістю стверджувати, що макроелементи - це основа життя і здоров'я людини. Вміст в організмі макроелементів досить постійний, проте можуть виникати досить серйозні відхилення від норми, що призводить до розвитку патологій різного характеру. Ці елементи сконцентровані переважно в м'язовій, кістковій, сполучній тканинах і в крові. Вони є будівельним матеріалом несучих систем і забезпечують властивості всього організму в цілому. Макроелементи відповідають за стабільність колоїдних систем організму, підтримують осмотичний тиск.

Вивчення мінерального складу харчових продуктів показало, що одні з них характеризуються переважанням складу мінеральних елементів, що обумовлюють в організмі електропозитивні (катіони), інші викликають переважно електронегативний (аніони) зрушення. У зв'язку з цим харчові продукти, багаті катіонами, мають лужну орієнтацію, а харчові продукти, багаті аніонами, - кислотну орієнтацію. Враховуючи важливість підтримки в організмі кислотно-лужного стану та можливий вплив на нього кислотних і лужних

речовин їжі, автори цієї класифікації порахували доцільним розділити мінеральні елементи харчових продуктів на речовини лужного і кислотного дії. Крім того, як самостійна група біомікроелементів виділені мінеральні елементи, зустрічаються в харчових продуктах в невеликих кількостях, що проявляють в організмі високу біологічну активність.

Умовно використовується наступна орієнтовна класифікація мінеральних елементів:

- мінеральні елементи лужного характеру (катіони): Кальцій, Магній, Калій, Натрій.
- мінеральні елементи кислотного характеру (аніони): Фосфор, Сульфур, Хлор.

На сучасному рівні знань наведена вище класифікація вже дещо застаріла, тому метаболізм будь-якого мінерального елемента можна розглядати тільки з точки зору його лужності або кислотності.

Кальцій - необхідний для побудови кісткової тканини. Кальцій - хімічний конкурент стронцію, що важливо знати при харчуванні у місцевостях з підвищеним вмістом радіостронцію в навколишньому середовищі. Джерелом легкозасвоюваного кальцію є молоко та молочні продукти. Добову потребу в кальції може задовольнити такий набір продуктів: 200г хліба, 100 г гречаної крупи, 100г сиру, 200г молока, 1 яйце, 200г овочів, 200г фруктів.

Калій - внутрішньоклітинний елемент, регулює кислотно-основну рівновагу крові, активізує роботу деяких ферментів, бере участь у багатьох процесах обміну речовин, у передачі нервових імпульсів. Калій нормалізує тиск крові. Добова потреба в калії 2500 - 5000 мг. Багато калію містить картопля, бобові, яблука, виноград.

Залізо - кровотворний елемент, входить до складу гемоглобіну, міоглобіну, деяких ферментів. За нестачі заліза спостерігається розвиток анемії. При цьому знижується стійкість організму, з'являється швидка стомлюваність, нудота, зменшується апетит, з'являється головний біль, серцебиття. Добова потреба - 15мг. Важливим джерелом заліза, яке добре засвоюється, є печінка,

нирки, телятина, а також фрукти, ягоди, овочі. З рослинних продуктів його засвоюється 2 -7%.

Фтор - необхідний для розвитку зубів. Бере участь в утворенні кісткових тканин, нормалізує фосфорно-кальцієвий обмін. За недостатнього вмісту фтору у воді виникає карієс, за надмірного - флюороз. Добова потреба 0,5-1 мг. Добову потребу можуть задовольнити 100 г печінки, 100 г оселедців. Значно менше фтору (в 10 разів) у хлібі, м'ясі, овочах, фруктах.

Йод - виникнення та поширення ендемічного зобу пов'язані як з дефіцитом йоду в навколишньому середовищі так і з неправильним харчуванням населення: одноманітна їжа, недостатність в раціоні тваринних білків, надлишок жирів тваринного походження, а також нестача вітаміну С, каротину, вітамінів А, Е, РР, групи В (В₁, В₂, В₆), нестача олій, рибних страв, овочів. Збалансоване харчування запобігає виникненню зобу, нормалізує функцію щитовидної залози. При ендемічному зобі порушується діяльність всього організму, знижується його стійкість до інфекційних захворювань та інших несприятливих чинників. За недостатності йоду в організмі порушується функція щитовидної залози, вона збільшується в розмірах (зоб), тисне на трахею, судини. При цьому жінки страждають безпліддям, під час пологів підвищується ризик народження фізично і психологічно неповноцінної людини, збільшується дитяча смертність у зв'язку зі зменшенням опору організму інфекціям, у дітей спостерігається низький коефіцієнт розвитку. Добова потреба йоду 0,15- 0,20 мг, забезпечується раціональним харчуванням з використанням багатих на нього морських продуктів (риба, краби, морська капуста), тваринних білків, вітамінів, мінеральних елементів. В ендемічних щодо зобу районах обов'язковим є забезпечення населення йодованою сіллю та препаратами йоду (антиструмін тощо). Добову потребу в йоді можуть забезпечити такі продукти: 1 куряче яйце, 100 г морської риби, 300г овочів, 500мл молока. Для профілактики ендемічного зобу необхідно споживати йодовану кухонну сіль, яку потрібно зберігати у темному сухому місці, у закритому посуді.

Фосфор - входить до складу білків, кісткової тканини. Виконує важливу роль в обміні речовин, функції нервової тканини, м'язів, печінки, нирок. За нестачі його спостерігається розм'якшення кісток, за надмірного надходження - порушення засвоєння кальцію і виведення його з кісток. Добова потреба 1-1,5 г. Основна кількість фосфору надходить до організму з молоком і хлібом.

Магній - бере участь в обміні вуглеводів, входить до складу кісток, забезпечує нормальну діяльність м'язів серця і його кровопостачання, регулює діяльність нервової системи. Магній розширює судини, стимулює рухальну функцію кишок і жовчовиділення, сприяє виведенню холестерину з кишечника. Надмір магнію знижує засвоєння кальцію. Добова потреба 300-500 мг. При нестачі магнію в організмі вагітної підвищується ризик народження фізично і психологічно неповноцінної людини.

Для аналізу мінеральних речовин в основному використовуються фізико-хімічні методи - оптичні та електрохімічні. Практично всі ці методи вимагають мінералізації об'єкта досліджень. Вміст мінеральних речовин в харчових продуктах згідно чинних стандартів виражається у вигляді різних показників:

- масова частка загальної золи;
- зола (пісок), нерозчинна в 10%-ої соляній кислоті;
- металодомішок;
- солі важких металів.

Визначення мінеральних речовин базується на одержанні золи, яку отримують без прискорювача (арбітражний метод) і з прискорювачем.. Для прискорення процесу озолення та для усунення втрат в наважку вносять різні добавки – сульфатну чи нітратну кислоту, спиртовий розчин ацетату магнію. Отримана чиста зола (без домішок) дозволяє визначити фізіологічну цінність продукту і для багатьох продуктів є показником якості, що нормується нормативно – технічною документацією.

У наш час технологічного буму існує безліч методів визначення складу продуктів харчування, від давно відомих, і до самих інноваційних. Фізико-хімічні методи для визначення макро - та мікроелементів є найбільш популярні

і порівняно не складні з точки зору їх проведення. Ці методи відрізняються тим, що дослідження товарів здійснюється за допомогою вимірювальних приладів, а результати виражаються в об'єктивних величинах, тому визначення відрізняється достовірністю і може бути перевірено повторним аналізом. Фізико-хімічні методи встановлюють залежність між фізичними властивостями і хімічним складом продукту. Принцип визначення хімічного складу будь-якими методами один і той же: склад речовини визначається по його властивостях.

Емісійний спектральний аналіз є фізико-хімічним методом аналізу, а точніше оптичним методом. Кожна речовина, що відрізняється від інших речовин своїм складом і будовою, володіє деякими індивідуальними, властивими тільки їй властивостями. Спектри випускання, поглинання і віддзеркалення речовиною випромінювань є індивідуальні для кожної речовини.

Атомно-емісійна спектроскопія є найпопулярніший багатоелементний метод аналізу. Метод заснований на вивченні спектрів випромінювання, одержуваних при порушенні проб в жорсткому джерелі збудження. Для отримання спектра емісії часткам аналізованого речовини необхідно надати додаткову енергію. З цією метою пробу при спектральному аналізі вводять в джерело світла, де вона нагрівається і випаровується, а потрапивши в газову фазу, молекули дисоціюють на атоми, які при зіткненнях з електронами переходять в збуджений стан. У збудженому стані атоми можуть знаходитися дуже недовго (7 - 10сек). Повертаючись в нормальний або проміжний стан, вони випускають надлишкову енергію у вигляді квантів світла.

Інтенсивність спектральної лінії залежить від температури джерела світла. Тому в атомно-емісійний спектральний аналіз прийнято вимірювати інтенсивність аналітичної лінії щодо інтенсивності деякої лінії порівняння. Найчастіше це лінія, що належить основним компоненту проби.

У практиці атомно-емісійного спектрального аналізу в якості джерел збудження спектрів застосовують електричні дуги постійного і змінного струму, полум'я, низько-і високовольтну конденсовану іскру, низьковольтний

імпульсний розряд, мікрохвильовий розряд та ін.. Для реєстрації спектру використовують візуальні, фотографічні і фотоелектричні пристрої.

Експериментальна частина

Дослід №1. Визначення зольності сушених яблук

Принцип методу. Визначення зольності ґрунтується на спалюванні органічної частини досліджуваної наважки при вільному доступі кисню повітря. Отже, зола – це сухий залишок, одержаний після спалювання наважки досліджуваної речовини у муфельній печі. Органічні речовини при прожарюванні згоряють, продукти їх згоряння виділяються у вигляді газів, а мінеральні речовини залишаються. Залишок – це сира зола, основна частина якої - вуглекислі солі, тому її ще називають карбонатною золою. Між золою і мінеральними речовинами є відмінності, зумовлені двома причинами:

- У процесі спалювання деякі мінеральні речовини можуть розкладатися і перетворюватися в газів;
- У процесі спалювання одні сполуки можуть переходити в інші

Чиста зола без домішок розчиняється у 10% - ому розчині хлоридної кислоти. По масі золи, яка не розчиняється у розчині хлоридної кислоти визначають масову частку мінеральних домішок. Визначення зольності з використанням прискорювача (хімічно чиста нітратна кислота, спиртовий розчин ацетату магнію) допомагає уникнути втрат летких елементів золи (калію, фосфору, тощо)

Прилади: тиглі фарфорові (діаметр 50мм, висота 70мм); тигельні щипці, муфельна піч, бюкс, аналітичні терези

Реактиви: матеріали: сушені яблука

Хід досліду. У прожареному до постійної маси тиглі зважують 3г подрібненого сушеного яблука. Спочатку повільно спалюють наважку на електричній плитці, а потім прожарюють її в муфельній печі до появи у тиглі залишку сіруватого кольору (без чорних частинок). Після прожарювання тигель охолоджують 15 -20хв. в ексикаторі, зважують його і прожарюють наважку

вдруге. Якщо при повторному прожарюванні маса золи не змінюється більше, ніж на 0,0002г, то озолення вважають завершеним.

Масова частка золи розраховується за формулою, %

$$w = \frac{m}{m_1} 100,$$

де

$\frac{m}{m_1}$ - відповідно маса золи та наважки виробу,г

Результати аналізу заносять у таблицю.

Табл. Результати визначення зольності сушених яблук

№дос ліду	Маса тигля, г			Маса, г			Вміст золи, %	Середнє значення вмісту золи, %	Абсолютна похибка, %	Відносна похибка, %
	порожнього	з наважкою	з золюю	Сушеного яблука	золи					

Дослід №2. Визначення кальцію комплексометричним (трилометричним) методом

Принцип методу. Комплексометричний метод належить до експресних і широко використовується для контролю технологічних процесів у молочному, бродильному, цукробуряковому виробництвах.

Метод ґрунтується на утворенні стійкого комплексу кальцію з трилоном Б при використанні індикатора мурексиду в лужному середовищі. При цьому спочатку утворюється комплекс іонів кальцію з мурексидом. При титруванні розчином трилону Б, який має здатність утворювати стійкі внутрішньокмплесні сполуки із кальцієм. Менш стійкий мурексид кальцієвий комплекс руйнується і мурексид витісняється в розчин. При використанні мурексиду розчин забарвлюється в кислому середовищі в рожевий колір, в лужному – в бузковий.

Прилади: колби для титрування ємкістю 100 мл, мірна піпетка на 10мл, бюретка

Реактиви: 0,1Н розчин трилону Б, мурексид, яблучний або виноградний сік

Хід досліду. Для випробування відбирають мірною піпеткою 10мл соку, додають декілька крупинок мурексиду і титрують розчином трилону Б. Такі дослідження проводять тричі, вираховують середній об'єм трилону Б, який пішов на титрування і тоді масову частку кальцію вираховують за формулою:

$$w = \frac{V \cdot 2 \cdot 0,97m}{m \cdot \rho \cdot 10^{-3}} \cdot 100 \text{ (мг\%)}$$

, де

V – об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування, см³;

m – об'єм розчину продукту взятого на дослідження, см³;

ρ – густина розчину продукту, г/см³

2 – маса кальцію, що відповідає 1см³ розчину трилону Б з еквівалентною концентрацією 0,1 моль/л, мг;

0,97 – поправка на об'єм білків і жиру

Дослід №3. Визначення Феруму роданідним методом

Принцип методу. Метод ґрунтується на фотометричному визначенні інтенсивності червоного забарвлення, що з'являється при взаємодії іона Феруму зі ступінню окиснення +3 з калій роданідом. Біологічний матеріал попередньо озолують мокрим шляхом.

Прилади: пробірка із тугоплавкого скла, лійка, фотоелектрокалориметр

Реактиви: 10Н розчин сульфатної кислоти, пергідроль, 0,04% розчин калій перманганату, дистильована вода, ізоаміловий спирт, 20% розчин калій роданіду.

Хід досліду. Для випробування беруть гранатовий сік 10мл або сухі тканини рослин – від 0,1 до 0,2г. Зразок попередньо озолують за наявності сульфатної кислоти та пергідролі. Після охолодження в пробірку з тугоплавкого скла, у якій проводили оголення, додають 5мл води, енергійно перемішують вміст і фільтрують за допомогою лійки із скла пірекс.

Пробірку і фільтр промивають тричі, доводячи загальний об'єм фільтрату до 20мл. Додають 1 краплю 0,04% розчину калій перманганату, розмішують і, якщо забарвлення зникає, то додають ще краплю калій перманганату після цього додають 15мл ізоамілового спирту і 5мл 20% розчину калій роданіду. Суміш струшують, шар ізоамілового спирту зливають у кювету фотоелектрокалориметра і ведуть відлік проти чистого ізоамілового спирту при альфа - 490нм. Вміст Феруму визначають за стандартною кривою, яку будують після визначення заліза в серії стандартних розчинів (що містять 5, 10, 25, 50мкг/мл Феруму), при цьому обов'язково ставлять контрольний дослід на реактиви. З цією метою в пробірку вносять 1,5мл 10Н розчину сульфатної кислоти, нагрівають на піщаній бані і додають таку саму кількість пергідролу, яку було взято для досліді. Отриману суміш частково нейтралізують концентрованим розчином аміаку, додаючи його в кількості, достатній для нейтралізації половини взятої для досліді сульфатної кислоти. До отриманого розчину додають той чи інший стандартний розчин і обробляють зразок у спосіб, описаний вище. Вміст Феруму (мг%) у біологічному матеріалі розраховують за формулою:

$$C = \frac{a}{b}100(\text{мг}\%)$$

,де

a – вміст Феруму у випробуваному розчині, знайдений за калібрувальною кривою (мг);

b – об'єм біологічної рідини (мл) або маса тканини (г), які було взято для дослідження

Рекомендована література

1. Голубев В.Н., Чичева – Филатова Л.В., Шленская Т.В. Пищевые и биологически активные добавки. - М.: Издательский центр «Академия», 2003, - 208с.
2. Марх А.Т. Биохимия консервирования плодов и овощей. - М.: «Пищевая промышленность», 1973, - 359с.
3. Смоляр В.І. Харчова експертиза. - К.: Здоров'я, 2005, - 448с.
4. Фан – Юнг А.Ф., Флауменбаум Б.Л., Изотов А.К. и др. Технология консервирования плодов, овощей, мяса и рыбы. - М.: «Пищевая промышленность», 1980, - 336с.
5. Щеглов Н.Г. Технология консервирования плодов и овощей. – М.: Издательство «Палеотип», 2002, - 380с.
6. Флауменбаум Б.Л., Танчев С.С., Гришин М.А. Основы консервирования пищевых продуктов. - М.: Агропромиздат, 1986, - 494с.