

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ТЕРНОПІЛЬСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ ІВАНА ПУЛЮЯ**

**Кафедра харчової  
біотехнології і хімії**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ  
до виконання лабораторних робіт з дисципліни  
«Технологічна експертиза виробництва харчової продукції»  
(Частина I)  
для студентів денної форми навчання  
напряму підготовки  
6.051702 «Технологічна експертиза та безпека харчової продукції»**

**Тернопіль 2017**

Автори : Вічко О.І., к.т.н., асистент кафедри харчової біотехнології і хімії.

Рецензент : Покотило О.С., д.б.н., проф., завідувач кафедри харчової біотехнології і хімії.

Відповідальна за випуск : Вічко О.І.

Методичні вказівки розглянуті й затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології і хімії Тернопільського національного технічного університету імені Івана Пулюя. Протокол № \_\_\_\_ від «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_\_ року.

Схвалено й рекомендовано до друку на засіданні методичної ради факультету інженерії машин, споруд та технологій Тернопільського національного технічного університету імені Івана Пулюя. Протокол № \_\_\_\_ від «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_\_ року.

## ЗМІСТ

|                                                                                                                                                                       |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Вступ                                                                                                                                                                 | 4  |
| <b>Лабораторна робота 1.</b> Техніка безпеки в лабораторіях експертизи якості харчів. Органолептичні методи оцінювання харчових продуктів і умови їхнього проведення. | 6  |
| <b>Лабораторна робота 2.</b> Експертні методи оцінювання харчових продуктів.                                                                                          | 9  |
| <b>Лабораторна робота 3.</b> Штрихкоди. Маркування товарів.                                                                                                           | 13 |
| <b>Лабораторна робота 4</b> Визначення вмісту фенолів у копчених виробах                                                                                              | 17 |
| <b>Лабораторна робота 5.</b> Виділення токсикантів з харчової сировини полярними розчинниками (кофеїну з чаю та фосфорорганічних пестицидів з зерна)                  | 22 |
| <b>Лабораторна робота 6.</b> Визначення нітратів та нітритів у харчових продуктах                                                                                     | 27 |
| <b>Лабораторна робота 7.</b> Визначення залишків пестицидів в продуктах харчування рослинного походження.                                                             | 33 |
| <b>Лабораторна робота 8.</b> Виявлення іонів важких металів у харчових продуктах                                                                                      | 37 |
| Список рекомендованої літератури                                                                                                                                      | 47 |

## 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.

Ступінь корисності харчових продуктів, їх якість багато в чому залежать не тільки від відсутності шкідливих речовин у ній, а й від смакових, ароматичних і естетичних властивостей. Таким чином, якість продуктів харчування тепер є невід'ємною складовою існування, благополуччя та якості життя; положення «здоров'я є функція харчування» стало базовим для сучасного людського суспільства.

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.

**Мета дисципліни** «Технологічна експертиза виробництва харчової продукції» полягає у формуванні у студентів системного погляду на експертний аналіз технологій виробництва, зберігання та реалізації харчової продукції, оцінку відповідності технологічного процесу за показниками якості та безпечності, набуття відповідних компетенцій, зокрема:

– загальнонаукових, які передбачають набуття студентами наукових знань з проведення експертизи технологій харчової продукції, її якості та безпечності;

– загально-професійних, які спрямовані на оволодіння основними методами системного підходу до діагностики технологічних процесів виробництва продукції, ознайомлення з нормативними та технологічними документами, що регламентують їх виробництво та контроль показників якості й безпечності;

– спеціально-професійних – узагальнення результатів експертизи технологій оцінку ступеню управління технологією, якістю та безпечністю кулінарної продукції;

– соціально-особистих через формування світогляду, розвиток творчого мислення, дослідницьких навичок, самостійної роботи з інформаційними матеріалами, екологічної культури, наполегливості у досягненні мети.

**Завдання** - дослідження відповідності технології (рецептурного складу, технологічного процесу виробництва, апаратного оформлення) вимогам нормативної документації;

- діагностика та технологічна експертиза технологічних процесів виробництва харчової продукції на підставі аналізу потенційних ризиків, визначення критичних точок контролю та їх межових значень;

- удосконалення технологічних процесів виробництва продукції на підставі невідповідностей, які виявлено під час технологічної експертизи;

- здійснення технологічного аудиту технологічних процесів, готової продукції. У результаті вивчення навчальної дисципліни студент повинен

**знати:**

– нормативну документацію, яка супроводжує проведення технологічної експертизи;

– принципи організації, проведення та формулювання підсумків технологічної експертизи технології;

– основи впровадження та застосування системи менеджменту безпечності під час виробництва, зберігання, реалізації харчової продукції;

– методику здійснення технологічних процесів, продукції;

**вміти:**

– визначати необхідну діючу нормативну базу для здійснення технологічної експертизи харчової продукції;

– здійснювати організацію, проведення та формулювання підсумків технологічної експертизи технології, харчової продукції;

– проводити технологічну експертизу безпечності під час виробництва, зберігання, реалізації харчової продукції;

– здійснювати технологічний аудит процесів, харчової продукції;

– складати підсумкові документи за результатами проведення.

# 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** перевірці 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 достоїнства 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 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 відчутися запах, необхідно створити умови, які б сприяли випаровуванню летких речовин. Для цього продукт підігрівують, 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°C. 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 убутання) 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.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

### Експертні методи оцінювання харчових продуктів.

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

**Прилади, лабораторний посуд, реактиви:**

зразки харчових об'єктів, технічні ваги, набір різноваг, 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.

**Визначення відносної густини.** Для характеристики фізичних параметрів харчових продуктів визначають відносну густину, яка виражається відношенням густини досліджуваного продукту до густини стандартної речовини за певних умов. Як стандартний розчин використовують дистильовану воду при температурі  $4^{\circ}\text{C}$  і нормальному атмосферному тиску. За таких умов густина води дорівнює одиниці. Показники відносної густини визначають при оцінці якості молока, визначенні сухих речовин у сироплах, екстрактах, вмісту солі в розсолах та ін.

Відносну густину рідин визначають **ареометром**. Ареометричний метод побудовано на застосуванні закону Архімеда, згідно якому на занурене у рідину тіло діє сила виштовхування, що направлена вертикально і дорівнює масі рідини в об'ємі зануреної частини тіла. Густина рідини визначають за шкалою ареометра, градуйованому при  $20^{\circ}\text{C}$ . У середині деяких ареометрів є термометр, яким вимірюють температуру рідкого продукту. Метод простий і швидкий.

У чистий сухий циліндр, діаметр якого у два рази більше від широкої частини ареометра, наливають продукт для дослідження, уникаючи утворення піни. Продукт повинен мати температуру, зазначену на шкалі ареометра. Якщо є відхилення температури досліджуваного продукту від зазначеної, то при визначенні результату враховують поправку.

Чистий сухий ареометр беруть за верхній кінець і обережно занурюють у досліджуваний рідкий продукт, доки прилад перестає занурюватися. Ареометр не повинен торкатися стінок циліндра. Відлік показання ареометра проводять через 5 хв. Під час дослідження прозорих рідких продуктів відлік здійснюють по нижньому меніску, а непрозорих – по верхньому. Якщо меніск проходить між двома поділками шкали, відмічають верхню.

Температуру плавлення, кипіння і застигання визначають за допомогою **термометра**.

**Визначення показника заломлення.** Цей показник визначається у рідких продуктах та розчинах за допомоги приладу рефрактометра.

**Рефрактометричний метод** використовують при дослідженні жирів, томатних продуктів, джемів та ін. Цим методом визначають масову частку жиру в харчових продуктах, вологість, а також показник заломлення рідини і вміст сухих речовин (за цукрозою, глюкозою, фруктозою) в кондитерських виробках, соках, компотах, плодах, овочах, крохмалі, патоці та інших продуктах.

На поверхню вимірювальної (нижньої) призми рефрактометра наносять 1-2 краплі досліджуваного розчину, потім плавно опускають верхню призму і дивлячись в окуляр встановлюють чітку межу світла та тіні за допомоги рукоятки. Після цього окуляр переміщують по шкалі до тих пір, доки візирна лінія не зіллється з межею світлотіні. Відлік проводять за шкалою у місці перетинання візирної лінії та межі світлотіні. Рефрактометр має дві шкали: на одній одержують дані показника заломлення, по другій – концентрацію сухих речовин у дослідженій рідині. Вимірювання виконують при температурі 20<sup>0</sup>С. Якщо температура дослідженого продукту відхиляється від 20<sup>0</sup>С вводять поправки.

**Фізико-хімічними методами** визначають хімічний склад продукту за допомогою фізичних методів.

**Визначення масової частки води.** Масова частка вологи - важливий показник якості сировини, напівфабрикатів і готових виробів. У нормативно-технічній документації масова частка вологи нормується для таких продуктів, як борошно, хліб, крупи, ковбаси та ін.

Висушування – найбільш розповсюджений і універсальний метод визначення вологи в харчових продуктах. Існує декілька методів висушування, які розрізняються перш за все режимами – температурою і часом, на протязі якого відбувається висушування: висушування при температурі 100...105<sup>0</sup> С (*арбітражний метод*), *разове висушування (прискорене)* - при температурі 130 ± 2<sup>0</sup>С.

Для визначення масової частки вологи використовують алюмінієві або скляні бюкси з добре притертими кришками.

За *арбітражним методом* кількість вологи в продукті визначають шляхом висушування його наважки до постійної маси при атмосферному тиску і температурі від 100 до 105<sup>0</sup>С. Цей метод є стандартним, за ним визначають правильність усіх нових методів, що розробляються.

Подрібнену наважку досліджуваного продукту масою 3-5 г поміщають у попередньо висушений до постійної маси пустий або з скляною паличкою і піском бюкс, зважують з точністю до 0,001г і висушують у сушильній шафі при 100-105<sup>0</sup>С. У процесі висушування бюкс з наважкою періодично зважують (після попереднього охолодження в ексікаторі протягом 15-20 хв). Перше зважування здійснюють після 2-4 годин сушіння, кожне повторне зважування – через 1 годину, а кінець аналізу – через кожних 30 хвилин.

Масу досліджуваної наважки, що висушують, вважають постійною тоді, коли різниця між двома останніми зважуваннями не перевищує 0,0002 г. Розрахунки здійснюють із точністю до 0,01%.

Принцип *методу разового висушування* полягає в тому, що наважку продукту висушують у сушильній шафі при певній температурі протягом певного часу. Після охолодження її зважують і за різницею між масою наважки до і після висушування визначають масову частку води за формулою, %:

$$W = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100,$$

де  $m$ ,  $m_1$  - маса наважки до і після висушування, г.

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

Так, титровану кислотність продукту визначають методом нейтралізації (взаємодія кислоти і лугу); усі хімічні методи визначення вмісту цукрів в харчових продуктах базуються на здатності редукуючих цукрів вступати в окислювально-відновні реакції; визначення кількості кухонної солі в продукті засноване на здатності іонів срібла зв'язувати іони хлору.

**Визначення титрованої кислотності.** Титрованою кислотністю називається кількість вільних кислот та їх кислих солей, які містяться в досліджуваному продукті. Цей показник якості нормується стандартами для більшості харчових продуктів (молоко та молочні продукти, хліб, борошно соки, пиво та ін.) і виражається у різних одиницях.

Визначення титрованої кислотності харчових продуктів побудовано на нейтралізації розчином гідроксиду натрію чи калію (у присутності індикаторів) або безпосередньо харчових продуктів (рідкі продукти), або водних витяжок вільних кислот та їх кислих солей, отриманих із наважок досліджуваних продуктів. Про закінчення нейтралізації свідчить зміна забарвлення внесеного індикатора. Цей метод називається *технічним, або візуальним, або методом нейтралізації*.

У рідких продуктах кислотність визначають титруванням певної кількості продукту. Для цього відміряють піпеткою 10 мл ретельно перемішаного продукту, поміщають у конічну колбу, розбавляють 20-30 мл дистильованої води. У пробу додають 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують 0,1моль/дм<sup>3</sup> розчином лугу до блідо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом хвилини.

Визначення одиниць вимірювання титрованої кислотності для різних продуктів та їх розрахунок наведені у відповідних темах.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

### 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 харчових продуктів повинно містити таку обов'язкову інформацію:

- 1) назву харчового продукту;
- 2) склад харчового продукту;
- 3) кількість окремих інгредієнтів (класу інгредієнтів);
- 4) кількість харчового продукту у встановлених одиницях виміру;
- 5) часові характеристики придатності харчового продукту;
- 6) умови зберігання, якщо харчовий продукт потребує особливих умов зберігання;
- 7) умови та рекомендації використання, якщо харчовий продукт потребує особливих умов використання;
- 8) 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;
- 9) найменування та місцезнаходження і номер телефону підприємства, яке здійснює функції щодо прийняття претензій від споживача, у разі якщо цим підприємством не є виробник;
- 10) номер партії виробництва;
- 11) інформацію про генетично модифіковані організми в складі харчового продукту (відповідно до чинного законодавства);
- 12) інформацію щодо місця походження для харчових продуктів, які лише упаковані або розфасовані в Україні, якщо відсутність такої інформації може ввести в оману споживача;
- 13) 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;
- 14) 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;

15) 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 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 дійсність штрих-коду математично за контрольною цифрою та знайти його дані в будь-якому реєстрі.

Пояснення значення штрих-коду та розрахунок контрольної цифри штрих-коду наведено нижче.

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.  
діяльності (УКТ ЗЕД <http://www.trans2ua.com>).

Таблиця 1.1.

**Штрих-коди товарів**

| № п/п<br>варіант | штрих-код     | № п/п<br>варіант | штрих-код     |
|------------------|---------------|------------------|---------------|
| 1                | 4606319002009 | 16               | 4810148000772 |
| 2                | 4012982037093 | 17               | 3059943016576 |
| 3                | 8410179800127 | 18               | 4607039084603 |
| 4                | 2220071000565 | 19               | 5029053541969 |
| 5                | 4003583121229 | 20               | 8934901730037 |
| 6                | 5060040302231 | 21               | 2220066000402 |
| 7                | 4605996001787 | 22               | 3274870264313 |
| 8                | 2220071000794 | 23               | 5050136424183 |
| 9                | 7322540157185 | 24               | 8002470001275 |
| 10               | 5000111040921 | 25               | 4600660001063 |
| 11               | 8436024293043 | 26               | 7640123861299 |
| 12               | 4607011660177 | 27               | 5901828000959 |
| 13               | 4751007733007 | 28               | 8850450218003 |
| 14               | 8410599091556 | 29               | 6922012704315 |
| 15               | 4601498001720 | 30               | 2220066000921 |

Штриховий алфавіт коду – це алфавіт коду, знаками якого є штрихи та пропуски, ширину яких сканери зчитують у вигляді цифр. Прикладом можуть служити штрихові коди EAN (Європейська система кодування) і UPC (американський Універсальний товарний код), що широко застосовуються в міжнародній практиці. У відповідності з прийнятим порядком, виробник товару наносить на нього штриховий код, сформований з використанням даних про країну місцезнаходження виробника і коду виробника. Код виробника присвоюється регіональним відділенням міжнародної організації EAN International. Такий порядок реєстрації дозволяє виключити можливість появи двох різних товарів з однаковими кодами.

Кожному товару, що ввозиться, або транспортується через територію України з метою митного оформлення, присвоюється десятизначний цифровий код (рисунок 1.1). Всі товари класифікуються згідно з Українською класифікацією товарів зовнішньоекономічної

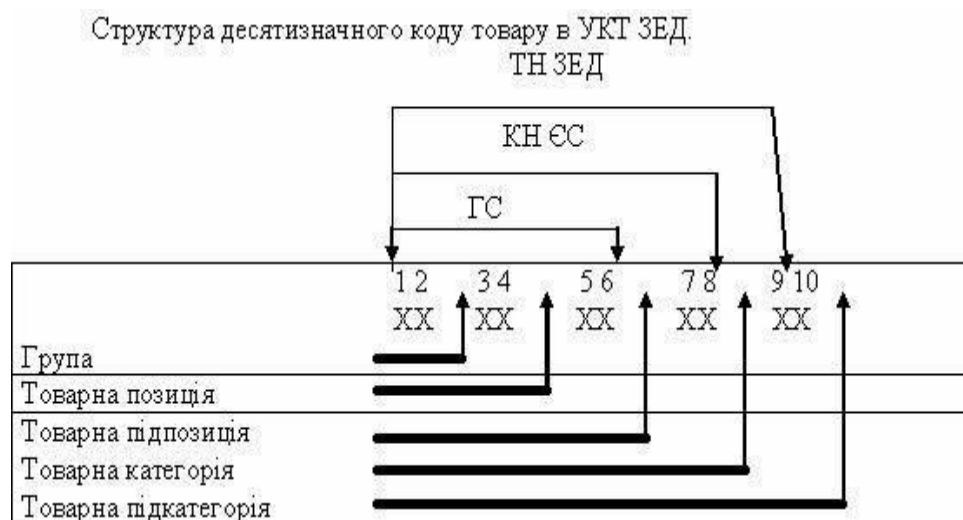


Рисунок 1.1. Структура десятизначного коду товару

УКТ ЗЕД – це товарна номенклатура, заснована на гармонізованій системі (ГС) кодування та опису товарів і Комбінованій номенклатурі Європейського Співтовариства (КН ЄС).

За допомогою штрихового коду зашифрована інформація про деякі найбільш суттєві параметри продукції. Найбільш поширені товарні номери EAN-13, EAN-8, UPC-A, UPC-E і 14-розрядний код транспортної упаковки ITF-14. Так само існує 128 розрядна система UCC/EAN-128. Відповідно до цієї чи іншої системи, кожному виду виробу привласнюється свій номер, що найчастіше складається з 13 цифр (EAN-13).

**Розшифрування штрих-коду.** У штрих-коді 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

Перші три цифри це префікс національної організації GS1, наступні 4-6 цифр – унікальний ідентифікатор підприємства, на якому зареєстрований цей товар, інші цифри це код товару, контрольне число і, можливо, ще один додатковий символ.

Помилково вважається, що перші три цифри в розшифруванні штрих-коду визначають країну виробництва. Це не вірно. 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.

#### ***Рекомендована література:***

1. Наказ Держспоживстандарту України про затвердження «Технічного регламенту щодо правил маркування харчових продуктів» від 28.10.2010 N 487.
2. ДСТУ 3144-95. «Коди та кодування інформації. Штрихове кодування. Терміни та визначення» К.: Держстандарт України, 1995. – 33с.
3. ДСТУ 3145-95. «Коди і кодування інформації. Штрихове кодування. Загальні вимоги» К.: Держстандарт України, 1995. – 7с.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4

### 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 °С, гаряче - від 50 до 100 °С. 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 коптильного 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**

Визначення ґрунтується на отриманні нітрозосполук при взаємодії фенолу з нітритом натрію. Нітрозосполуки утворюють з надлишком аміаку забарвлені в жовтий колір продукти реакції, які визначають фотометричним 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>.
- Градуировані 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 градуувальної кривої.* У мірні колби 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 пробірок 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

густину 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  $A = f(c)$ .

*Підготовка проби.* У конічну колбу поміщають  $(15 \pm 0,01)$  г подрібненої копченої ковбаси. Додають  $50 \text{ см}^3$  дистильованої води, закривають колбу корком 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 пробірку, 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 пробірку 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 пробірки 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 градувальної кривої. Концентрацію фенолу в пробі знаходять по градувальній кривій.

#### **Аналіз вмісту фенолів**

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

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

де  $C_x$  - концентрація фенолу у водній витяжці, знайдена за градувальною кривою, мг/см<sup>3</sup>;  $m$  - маса зваженого аналізованого продукту, г;  $V$  - місткість мірної колби, см<sup>3</sup>

### **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, *о*- крезол, *п*-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 сирокочену 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 *п*-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) *п*-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 парами розчинника та усунення «крайового ефекту» в камеру попередньо поміщають фільтрувальний папір, який просочений рухомою фазою - етилметилкетон. 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.

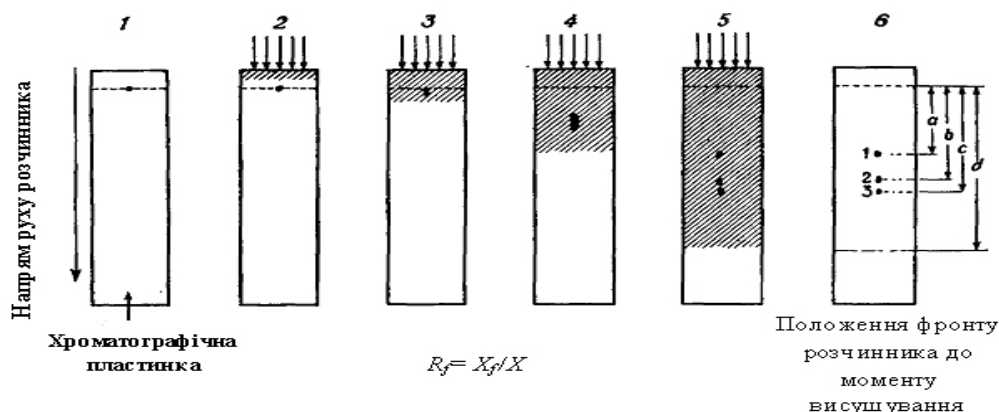


Рис.1. Нанесення зразку, розвиток хроматограми та проявка хроматограми.

*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 1.

Таблиця 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            |
|                       |       |       |                     |       |       | <i>o</i> -крезол |
|                       |       |       |                     |       |       | <i>n</i> -крезол |
|                       |       |       |                     |       |       | гваякол          |

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 5

### Виділення токсикантів з харчової сировини полярними розчинниками (кофеїну з чаю та фосфорорганічних пестицидів з зерна)

**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 ділильній 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, бенzenом або етилацетатом.

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

**I СПОСІБ:** Перед початком роботи верхню пришліфовану пробку і нижній кран ділильної лійки (рис. 1) змащують вазеліном. Потім переконавшись, що кран закритий, виливають у ділильну лійку водний розчин, із якого необхідно екстрагувати речовину і додають 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. Ділильну лійку закривають пробкою і тримають двома руками таким чином: нижній тонкий вихід ділильної лійки нижче крана розміщують між вказівним і середнім пальцями лівої руки, а великим пальцем лівої руки притримують кран.

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

Не рекомендується енергійно струшувати вміст ділильної лійки (перевертати лійку вверх-вниз), оскільки при цьому можливе утворення стійкої

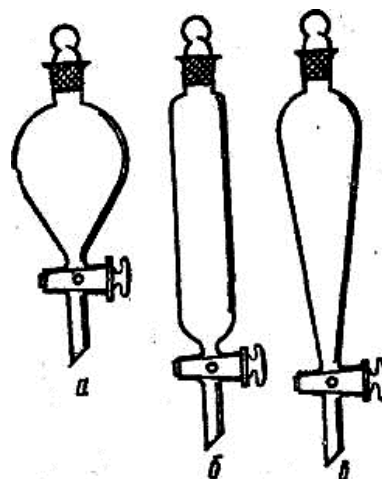


Рис. 1. Ділильні лійки з пришліфованими пробками:

а – колбоподібна; б – циліндрична;  
в – конічна

емульсії, яка погано розшаровується і затримує проведення процесу екстрагування.

При струшуванні, особливо з низькокиплячими розчинниками збільшується 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 вверх 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).

## **II СПОСІБ:**

У лабораторії дуже часто проводять екстрагування з твердих речовин користуючись апаратом Сокслета (рис. 2) в якому застосований сифонний зливний пристрій і регенерація розчинника. В апараті Сокслета багаторазове оброблення суміші твердих речовин, з якої необхідно виділити одну речовину, здійснюється повільно невеликими порціями (кількістю) розчинника. У круглодонну колбу 1 наливають до  $\frac{1}{2} - \frac{2}{3}$  місткості розчинника, а в екстрактор 2 вміщують виготовлений з фільтрувального паперу патрон 4 з твердою речовиною. Тверду речовину попередньо добре розтирають в ступці і при наповненні патрону її перемішують з наповнювачем (скляні маленькі кульки, або короткі скляні палички). Наповнювачі застосовують для покращення умов екстрагування: вони сприяють кращому контакту речовини, що екстрагується, з розчинником, та запобіганню утворення злипанню в патроні розтертої речовини.

Розчинник в колбі нагрівають до кипіння. Пара розчинника піднімається по трубі екстрактора у зворотний холодильник. Конденсат, що утворився з

пари розчинника, стікає в екстрактор, безпосередньо в патрон з твердою речовиною. Через деякий час рівень рідини в екстракторі досягне рівня верхнього коліна сифона і весь розчин переливається в перегонну колбу. Оскільки перегонна колба постійно нагрівається і розчин з екстрактора поступає до неї гарячим, то з перегонної колби безперервно пари чистого розчинника відганяються і поступають у зворотний холодильник і таким чином процес знову повторюється. Речовина, яку необхідно екстрагувати, періодично обмивається чистим розчинником, що розчиняє її, і з часом поступово вона накопичується в круглодонній колбі, причому кількість розчину в колбі практично не змінюється. Це дає можливість обмеженим об'ємом розчинника вилучити необмежену кількість екстрагованої речовини, оскільки весь час вона обробляється чистим розчинником. Нерозчинні ж у взятому для екстрагування розчиннику тверді речовини залишаються в паперовому патроні в екстракторі.

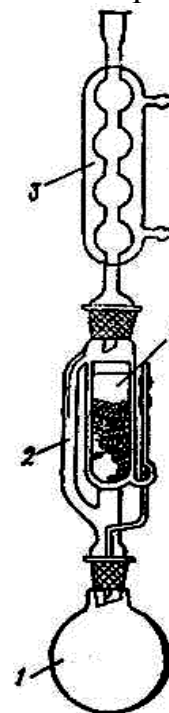


Рис. 2. Апарат Сокслета:

1 – круглодонна колба;  
2 – екстрактор; 3 – зворотний холодильник; 4 – патрон з фільтрувального паперу, з твердою речовиною, що піддається екстрагуванню.

Після закінчення екстрагування знімають холодильник, роз'єднують екстрактор з колбою, дають стекти з нього залишкам рідини в колбу і від розчину, що знаходиться в круглодонній колбі, відганяють розчинник, а екстрагована речовина лишається в залишку.

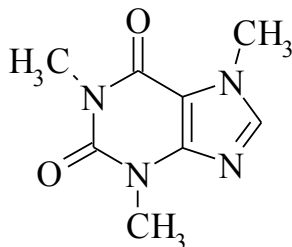
### Дослід 1. Виділення кофеїну з чаю.

**Завдання для виконання роботи:** виділити кофеїн із чаю полярним розчинником за допомогою апарату Сокслета.

**Реактиви:** чай мілко подрібнений 12,5 г; етиловий спирт 85 мл; оксид магнію 20 г; сульфатна кислота, 5%-ий розчин 5 мл; хлороформ 40 мл; гідроксид натрію, 2%-ий розчин.

**Обладнання:** апарат Сокслета, круглодонна колба місткістю 250 мл, фарфорова чашка, колба Бунзена, лійка Бюхнера, водяна баня, фільтрувальний папір.

**Кофеїн** (1,3,7-триметилксантин або-1,3,7-триметил-2,6-діоксипурин)



*Хід роботи.* В патрон (циліндр), виготовлений з фільтрувального паперу, вміщують 12,5 г мілкоподрібненого чаю і вставляють в екстрактор приладу Сокслета. В колбу приладу наливають 85 мл етилового спирту і нагрівають на водяній бані до тих пір, доки спиртова витяжка, що зливається із сифонної трубки, стане солом'яно-жовтого кольору.

Після закінчення процесу екстракції спиртову витяжку приливають до суспензії 20 г оксиду магнію в 50 мл води (для видалення із суміші дубильних речовин) і при активному перемішуванні випаровують у фарфоровій чашці на водяній бані досуха. Порошкоподібний залишок кип'ятять з водою: спочатку з порцією в 60 мл, потім тричі з порціями по 30 мл кожна. Осад кожного разу відфільтровують від гарячої суміші. Екстракцію водою необхідно робити швидко, кофеїн летка речовина. До об'єднаних водних витяжок додавають 5 мл 5%-ої сульфатної кислоти. Суміш ретельно перемішують і випаровують на водяній бані до об'єму приблизно 50 мл. У разі необхідності розчин ще гарячим відфільтровують від осаду, що інколи утворюється при випаровуванні. Далі кофеїн вилучають чотирма порціями по 10 мл хлороформу.

До світло-жовтого хлороформового розчину кофеїну додають декілька мілілітрів 2%-го розчину гідроксиду натрію до повного його знебарвлення. Промивають водою. Хлороформ випаровують. Сирий кофеїн перекристалізують із невеликої кількості води. Вихід 0,25 г.

## ***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 виконання 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.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6.

### Визначення нітратів та нітритів у харчових продуктах

**Мета роботи:** Визначити наявність чи відсутність нітратів та нітритів в овочах та ковбасах за допомогою якісних реакцій.

### Дослід 1. Визначення нітратів у рослинній сировині та продукції іонометричним методом.

Принцип методу полягає у екстракції нітратів з матеріалу, що аналізується розчином алюмокалієвого галуна та наступним визначенням концентрації нітратів в одержаній витяжці за допомогою іоноселективних електродів. При аналізі рослинної продукції родини хрестоцвітих (капуста, редис, гірчиця тощо), для усунення домішок, що заважають визначенню нітратів проводять їх окиснення перманганатом калію

Метод використовують тільки у тому випадку коли вміст хлоридів у досліджуваному матеріалі не перевищує вміст нітратів більше ніж у 50 раз. Якщо аналізують рослинну продукцію, яка містить значні кількості хлоридів використовують фотометричний метод визначення нітратів, який базується на їх відновленні до нітритів та визначенні нітритів за реакцією з реактивом Грісса.

Чутливість іонометричного визначення нітратів складає 6 мг/л розчину, що досліджується. Сумарна похибка методу оцінюється по коефіцієнту варіації і складає  $\pm 12\%$ .

### Хід роботи

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

##### *1.1. Підготовка проби.*

Відбір проб проводять поштучно. Якщо продукти складені в кілька шарів, то відбирають пробу з кожного шару. З загальною пробою, при підготовці до аналізу, поступають наступним чином:

1.1.1. Картопля. Картоплини миють водою, обсушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою. З кожної картоплини відбирають четвертину. Відібраний матеріал перемішують і відбирають пробу для аналізу вагою не менше 0,25 кг.

1.1.2. Буряк столовий та інші коренеплоди. Коренеплоди миють водою, витирають, відрізають шийку і тонкий кінець кореня. Великі коренеплоди розрізають хрестоподібно вздовж вертикальної вісі, для аналізу використовують їх половину або четвертину. З одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,25-0,5кг.

1.1.3. Капуста. Кожний качан розрізають на 4 частини по вертикальній вісі і беруть по одній четвертині для аналізу. При цьому зрізають та видаляють поверхню попереднього зрізу, видаляють верхні неїстівні листки і залишок качану. З одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

1.1.4. Листові овочі очищують від землі, неїстівних частин та включень і відбирають пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

1.1.5. Цибулькові рослини. Видаляють неїстівні частини. З цибулин видаляють верхню лузгу, зрізають і видаляють основу кореня і суху шийку.

Цибулини поділяють на дві частини по вертикалі і беруть для аналізу тільки одну половинку. З одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

1.1.6. Томати, огірки. Плоди миють водою, просушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою, видаляють плодоніжки. Великі плоди розрізають на 2-4 частини вздовж вісі. Для аналізу беруть половину або четвертину плоду. З одержаного матеріалу відбирають для аналізу пробу вагою 0,5 кг.

1.1.7. Баштанні культури. Плоди очищують від верхнього шару, який не вживають у їжу, видаляють насіння та досліджують тільки їстівну частину. Плоди розрізають на 2 частини по лінії від місця кріплення стебла таким чином, щоб в кожную половину потрапили затемнені і освітлені сонцем частини плоду. Якщо плоди дуже великі, їх розрізають на сегменти 6-8 см по колу плоду і беруть 2-4 сегменти з протилежних сторін. З одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

#### *1.2. Підготовка зразку до аналізу.*

Проби для аналізу, які відібрані згідно з п. 1.1., подрібнюють за допомогою терки або гомогенізатора до одержання однорідної маси. Зелені культури попередньо подрібнюють ножем до розміру частин 0,5-1 см. Подрібнену пробу ретельно перемішують і використовують для аналізу.

#### *1.3. Приготування розчину алюмокалієвого галуна з масовою часткою 1 % (екстрагуючий розчин).*

10,0 г алюмокалієвого галуна зважують з точністю до першого десяткового знаку та переносять у мірну колбу на 1000 мл. Розчиняють у дистильованій воді, доводять об'єм розчину до мітки і перемішують.

#### *1.4. Приготування екстрагуючого розчину для культур родини хрестоцвітних (капуста, редис, хрін, гірчиця тощо).*

10,0 г алюмокалієвих галунів зважують з точністю до першого десяткового знаку та переносять в мірну колбу на 1000 мл. Розчиняють у дистильованій воді. Після цього зважують 1,0 г перманганату калію з точністю до першого десяткового знаку, переносять наважку у цю ж колбу та додають у колбу 0,6 мл концентрованої сульфатної кислоти. Одержану суміш перемішують до розчинення всіх інгредієнтів і розчин доводять до мітки дистильованою водою. Розчин може зберігатись не більше 1 року.

#### *1.5. Приготування розчину нітрату калію концентрацією 0,1 моль/л ( $pC(NO_3^-) = -\lg C(NO_3^-) = 1$ ).*

10,11 г нітрату калію, який попередньо висушений при температурі 100-105 °C до постійної маси, зважують на аналітичних вагах та переносять у мірну колбу на 1000 мл. Розчиняють в екстрагуючому розчині та доводять об'єм до мітки екстрагуючим розчином. Розчин може зберігатись не більше 1 року. При появі каламуті або осаду розчин замінюють свіжоприготовленим.

#### *1.6. Приготування градувальних розчинів нітрату калію.*

Градувальні розчини нітрату калію готують з розчину, який приготовлений за п. 1.5, у день проведення аналізу. Для розведення використовують 1 % розчин алюмокалієвого галуна (див. п. 1.3).

1.6.1. Градувальний розчин з концентрацією нітрату калію 0,01 моль/л ( $pC(NO_3^-) = -\lg C(NO_3^-) = -2$ ). Розчин нітрату калію, який приготовлений за п. 1.5, розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвого галуна. Для цього

відбирають піпеткою 10 мл розчину з  $pC(NO_3^-) = -1$  в мірну колбу на 100 мл, доводять об'єм до мітки розчином алюмокалієвого галууну і перемішують.

1.6.2. Градувальний розчин з концентрацією нітрату калію 0,001 моль/л ( $pC(NO_3^-) = -\lg C(NO_3^-) = -3$ ). Розчин нітрату калію, який приготовлений по п. 1.6.1, розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвого галууну.

1.6.3. Градувальний розчин з концентрацією нітрату калію 0,0001 моль/л ( $pC(NO_3^-) = -\lg C(NO_3^-) = -4$ ). Розчин калію нітрату, який приготовлений за п. 1.6.2, розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвого галууну.

Градувальні розчини, які одержані за п. 1.6.1.-1.6.3, використовують для градування приладу, перевірки електродів і побудови градувального графіку.

### *1.7. Підготовка електродів до роботи*

Мембранний іоноселективний нітратний електрод та хлоросрібний електрод порівняння готують до роботи у відповідності з інструкціями до електродів. У проміжках між проведеннями досліджень мембранний іоноселективний електрод занурюють у дистильовану воду, а якщо перерва між вимірюваннями більше доби, електрод зберігають у розчині нітрату калію з концентрацією 0,1 моль/л. При тривалих перервах між дослідженнями (5 діб і більше) електрод зберігають на повітрі. У всіх випадках перед початком вимірювань електрод витримують у дистильованій воді не менше 10 хв. Хлоросрібний електрод порівняння, в перервах, між вимірюваннями зберігають в насиченому розчині хлориду калію.

### *2. Проведення досліджень.*

2.1. 10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку та переносять у склянку гомогенізатора. До досліджуваного матеріалу додають 50 мл 1 % розчину алюмокалієвого галууну та гомогенізують суміш протягом 1 хв. При відсутності гомогенізатора використовують мішалку, тривалість перемішування суміші 3 хв. Одержану суспензію використовують для визначення концентрації нітрат іонів.

2.2. При аналізі рослинної продукції родини хрестоцвітих 10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку та переносять в склянку на 100 мл, додають 50 мл екстракційного розчину, який приготовлений за п. 1.4, та перемішують протягом 3-5 хв. Після цього додають 2-3 краплі 30 %-ного водного розчину пероксиду водню до знебарвлення розчину. В одержаній суспензії визначають концентрацію нітрат іонів.

### *3. Визначення концентрації нітрат іонів.*

Вимірювання концентрації нітрат іонів проводять в одиницях  $pC(NO_3^-)$  за шкалою приладу. При безпосередньому вимірюванні  $pC(NO_3^-)$ , прилад щоденно настроюють в режимі «рХ» у відповідності до інструкції заводу виробника за градувальними розчинами з  $pC(NO_3^-)$ , що дорівнюють 2 і 4. Розчин порівняння з  $pC(NO_3^-) = 3$  використовують для контролю показів. Відхилення значення  $pC(NO_3^-)$  від номінального значення 3 не повинно перевищувати 0,02 одиниці  $pC(NO_3^-)$ .

Після градування приладу електроди ретельно промивають дистильованою водою, витирають фільтрувальним папером та занурюють у досліджувану пробу. Покази приладу фіксують не раніше ніж через хвилину після припинення дрейфу стрілки. При переході від однієї проби до іншої,

електроди промивають дистильованою водою. Температура досліджуваних проб і градувальних розчинів повинна бути однаковою.

#### 4. Обробка результатів аналізу.

Якщо для аналізу використали наважку подрібненої проби, то вміст нітратів у досліджуваному матеріалі ( $X$ ) у мг/кг розраховують за формулою:

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

де 62 — молярна маса іону нітрату г/моль;

$m$  - наважка проби, що взята для аналізу, г;

$V$  - об'єм екстрагуючого розчину, мл;

$10^{-pC(NO_3^-)}$  - концентрація нітратів у витяжці, моль/л;

1000 - коефіцієнт переведення мл в л;

$\omega$  - масова частка води у пробі, %;

100 - коефіцієнт перерахунку з відсотків;

$\rho$  - густина води, г/мл;

$10^6$  - коефіцієнт перерахунку у мг/кг.

Якщо взяти до уваги, що  $V=50$  мл,  $m = 10$  г і провести відповідні скорочення та перетворення, формула для розрахунку набуває вигляду:

$$X = (50 + \omega/10) \cdot 10^{-pC(NO_3^-)} \cdot 6200, \text{ мг/кг}$$

#### 5. Оцінка результатів аналізу

Розрахунок проводять до цілих чисел, мг/кг. За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних вимірювань.

Для зручності оцінювання результатів дослідження наведено деякі значення ГДК нітратів (мг/кг) для рослинної продукції, взяті з СанПіН 42-123-4619-88:

- картопля — 250;
- капуста рання (до 1 вересня) — 900, пізня — 500;
- морква рання (до 1 вересня) — 400, пізня — 250;
- томати (відкритий ґрунт) — 150, (закритий ґрунт) — 300
- огірки (відкритий ґрунт) — 150, (закритий ґрунт) — 400
- буряк столовий — 1400;
- ріпчаста цибуля — 80;
- цибуля-перо (відкритий ґрунт) — 600, (закритий ґрунт) — 800;
- зелені культури (відкритий ґрунт) — 2000, (закритий ґрунт) — 3000;
- дині — 90;
- кавуни — 60;
- перець солодкий — (відкритий ґрунт) — 200, (закритий ґрунт) — 400;
- кабачки — 400;
- яблука — 60;
- груші — 60.

## Дослід 2. Визначення вмісту нітритів у ковбасах та інших м'ясопродуктах спектрофотометричним методом.

Більш універсальним методом, придатним при аналізі нітритів як в сировині, так і в готовій продукції, є фотометричний метод.

Метод базується на кількісній реакції між нітрит-іонами та сульфаніловою кислотою та наступним утворенням червоно-фіалкової діазосполуки при взаємодії з  $\alpha$ -нафтиламином (рис.8.3).

Вплив каламутності та кольоровості екстрактів, який вносить похибку у визначення нітритів, усувають освітленням проби, осаджуючи білки.

Нижня межа визначення 0,003 мг/л нітритів. При вмісті нітритів більше 0,3 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 нітриту.

1,5 г нітриту натрію  $\text{NaNO}_2$  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. Розчин консервують додаючи до нього 1 мл хлороформу та зберігають у склянці з темного скла протягом кількох місяців.

##### 1.2. Приготування робочого стандартного розчину нітритів.

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

##### 1.3. Приготування оцтової кислоти з масовою часткою 12 %.

25 мл крижаної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою до

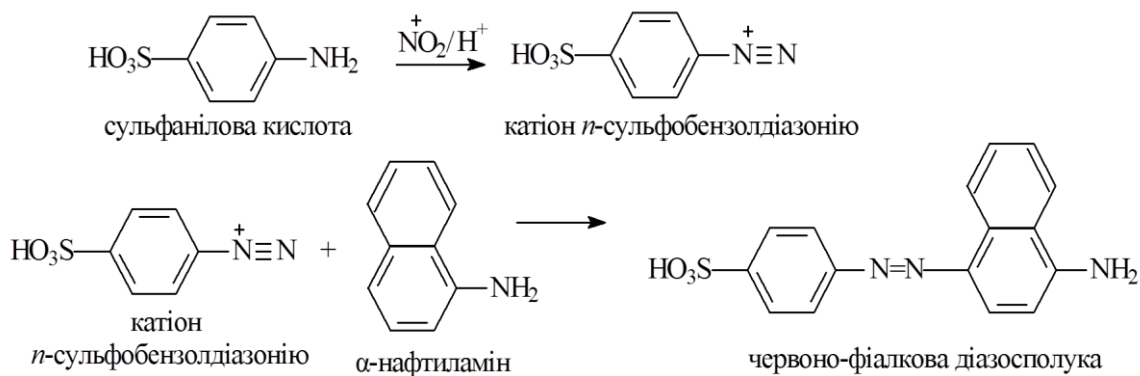


Рис. 6.3. Реакції синтезу червоно-фіалкової діазосполуки з сультанілової кислоти при дії нітрит-іону у кислому середовищі та наступної взаємодії утвореного катіону *p*-сультанбензолдіазонію  $\alpha$ -нафтіламином.

об'єму 200 мл.

##### 1.4. Приготування реактиву Грісса.

Для отримання реактиву готують 2 розчини: 1 %-й розчин сультанілової кислоти у 12 %-му розчині оцтової кислоти (розчин А) – 100 мл, і 0,1 %-й

розчин  $\alpha$ -нафтиламіну у 12 %-му розчині оцтової кислоти (розчин Б) – 100 мл. 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 0,001 г, наливають 30-40 мл дистильованої води підігрітої до 60 °С, 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, додають 10 мл розчину гідроксиду калію (або натрію) з молярною концентрацією 0,1 моль/л і 40 мл насиченого розчину сульфату цинку ( $\text{ZnSO}_4$ ), перемішують. Нагрівають склянку з розчином на водяній бані за температури 100 °С 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.

## 3. Алгоритм аналізу.

### 3.1. Побудова градуовальної залежності.

Мірні колби місткістю 50 мл відповідно нумерують і вносять в них: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 мл робочого стандартного розчину, доливають дистильованою водою приблизно до 40 мл, у кожену колбу додають по 2,0 мл розчину реактиву Грісса, доводять до мітки, перемішують. Одержують розчини з вмістом нітритів: 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/мл.

## 4. Вимірювання.

Мірні колби з градуовальними розчинами, а також мірну колбу з підготовленою пробою поміщають на водяну баню, нагріту до 50-60 °С на 10 хв. Перемішують, охолоджують розчини та фотометрують при довжині хвилі 520 нм по відношенню до розчину порівняння (з вмістом нітритів 0 мг/мл).

Будують градуовальний графік або розраховують параметри рівняння регресії. Розраховують концентрацію нітритів у досліджуваному розчині.

## 5. Обробка результатів аналізу.

Масову частку нітритів  $\omega$  у досліджуваному м'ясопродукті розраховують за формулою:

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

де:  $m$  - наважка продукту, г;

$c$  - вміст нітритів, що визначається у мг, розраховується по калібровочному графіку.

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

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №7

### 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. Фосфорорганічні пестициди:

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

#### Дослід.1. 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 щоби 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.

*Розрахунок результатів* аналізу проводять по формулі:

$$X = A \cdot 1000 / B, \text{ мг/кг}$$

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

*A* - кількість пестициду, знайдена шляхом візуального порівняння проби із стандартними розчинами шляхом вимірювання площі плям, мг;

*B* - маса наважки продукту, що досліджується мг.

## **Дослід 2. 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 капель 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 3. 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 KOH;
- 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

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №8

### 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, нітрозоамінів 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.1 та 2). Вміст їх у живих організмах менше 0,01 % маси тіла.

Таблиця 8.1

Вміст іонів металів необхідний для «нормального» функціонування людського організму

| Іон металу       | Форма при pH 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), стибій (Sb), станум (Sn), цинк (Zn), алюміній (Al), берилій (Be), ферум (Fe), купрум (Cu), хром (Cr), талій (Tl), нікель (Ni).*

*З них, до високотоксичних елементів відносять: кадмій, ртуть, свинець, станум, купрум, 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: плумбум (**Pb**), купрум (**Cu**), цинк (**Zn**), нікель (**Ni**), кадмій (**Cd**), кобальт (**Co**), стибій (**Sb**), станум (**Sn**), вісмут (**Bi**), меркурій (**Hg**). За визначенням Реймерса, благородні метали стоять окремо від важких металів.

*Через свою специфічну дію хром, марганець, цинк, кобальт, купрум, ферум, молібден, 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 меркурій, плумбум, селен, ванадій, станум, стибій, вісмут, хром, марганець, ферум, кобальт, нікель, срібло, купрум, 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, купрум, ферум, молібден, селен, нікель і ванадій. До неесенціальних металів відносяться ті метали, які не є життєво необхідними для нормального функціонування організму. До неесенціальних металів належать кадмій, плумбум, меркурій, арсен, берилій, титан, алюміній, барій, телур, станум і стибій. 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.10.4). Найбільш небезпечними, з важких металів, є кадмій, меркурій і плумбум.

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.**

Таблиця 8.2

Токсична дія деяких металів та реагенти для їх детоксикації

| Метал                                                            | Токсичність і фізіологічна дія                                                                                                                      | Реагенти детоксикації                                                                     |
|------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| Берилій                                                          | Уражає шкіру та легені. Надає перевагу О-донорам електронів в порівнянні з N і S, і тому, діє на фосфатази. Летальна доза – 1 мг на 1 кг маси тіла. | Алюмініон                                                                                 |
| Кобальт                                                          | Знижує активність SH-груп у ферментах. Викликає поліцитемію (збільшує число еритроцитів)                                                            | Амінокислота цистеїн                                                                      |
| 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<br>Токсична концентрація в крові - 90 мкМ                                                                   | БАЛ (британський антилюїзит), або $\text{Na}_2[\text{CaEDTA}]$                            |
| Арсен, меркурій, кадмій, золото, плумбум, 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                              | $\text{Na}_2[\text{CaEDTA}]$                                                              |

|  |         |  |
|--|---------|--|
|  | нирках. |  |
|--|---------|--|

- *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.*

### **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 диметилглюксиму 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 Fe<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, яка містить по 2,0 мг відповідного металу в 1 см<sup>3</sup>.

### **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.1).

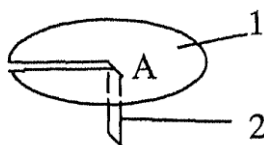


Рис. 1. підготовка хроматограми: А - місце нанесення проби; 1 - хроматографічний папір; 2 - гніт для подачі розчинника

*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.8.2).

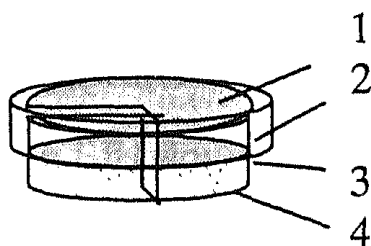


Рис.8.2. Розділення речовин методом кругової хроматографії: 1- хроматографічний папір; 2 - кришка; 3 - чашка Петрі; 4 - органічний розчинник

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 3

Характеристики зон катіонів

| Визначаємий катіон | Проявник                   | Забарвлення зони |
|--------------------|----------------------------|------------------|
| $\text{Ni}^{2+}$   | Диметилглюксим             | Рожеве           |
| $\text{Co}^{2+}$   | Диметилглюксим             | Голубе           |
| $\text{Cu}^{2+}$   | Гексаціаноферат (II) калію | Буро-червоне     |
| $\text{Fe}^{3+}$   | 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.3).

За кольором і розташуванням забарвлених концентричних кілець ідентифікують катіони.

Користуючись рядом коефіцієнтів розподілу іонів  $K_{\text{Ni}^{2+}} > K_{\text{Co}^{2+}} > K_{\text{Cu}^{2+}} > K_{\text{Fe}^{3+}}$ , 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.

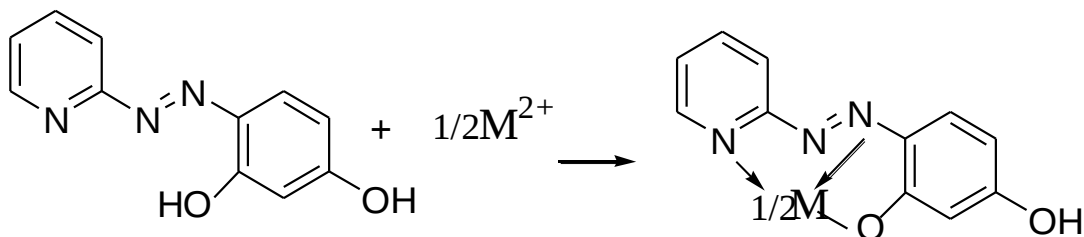
| Катіон | Хроматограма |                |                |              |                |                |
|--------|--------------|----------------|----------------|--------------|----------------|----------------|
|        | стандартна   |                |                | досліджувана |                |                |
|        | X            | X <sub>f</sub> | R <sub>f</sub> | X            | X <sub>f</sub> | R <sub>f</sub> |
|        |              |                |                |              |                |                |

Порівнюють коефіцієнт R<sub>f</sub> 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<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup> з 4-(2-піридилазо)-резорцином при рН 5.

В основі визначення лежить реакція комплексоутворення металів (кобальту(II), кадмію(II), купруму(II), цинку(II), ніколу(II), плюмбуму(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), плюмбуму(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 рН 5;
- набір пробірок;
- мірний посуд.

## Хід роботи

**Приготування градуювальних 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:

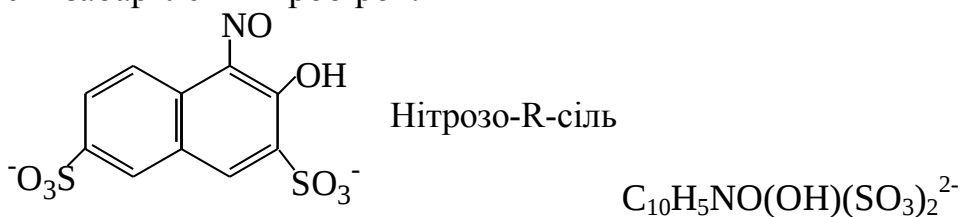
$0.125 \cdot 10^{-4}$     $0.25 \cdot 10^{-4}$     $0.5 \cdot 10^{-4}$     $1 \cdot 10^{-4}$     $2 \cdot 10^{-4}$     $4 \cdot 10^{-4}$  моль/л

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

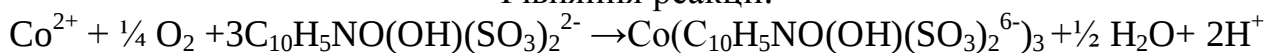
*Визначення сумарної концентрації іонів важких металів у контрольній пробі.* У колбу місткістю 25 мл вносять 2.5 мл розчину 4-(2-піридилазо)-резорцину, 5 мл буферного розчину, доводять до мітки водою, що аналізують, та перемішують. Готовий розчин переливають у пробірку, порівнюють його забарвлення зі 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 нітрозо-R-сіллю

Визначення іонів кобальту ґрунтується на утворенні його забарвлених комплексів реакцією з нітрозо-R-сіллю в слабкокислomu середовищі. Концентрацію кобальту в контрольному розчині визначають, порівнюючи інтенсивність забарвлення пробірок.



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 нітрозо-R-сіллю.

*Реактиви та обладнання:*

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

### Хід роботи

*Підготовка градувальних розчинів.* У колби місткістю 50 мл вносять 0.5 мл розчину нітрозо-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:

$5 \cdot 10^{-6}$     $1 \cdot 10^{-5}$     $2 \cdot 10^{-5}$     $4 \cdot 10^{-5}$     $8 \cdot 10^{-5}$     $16 \cdot 10^{-5}$     $32 \cdot 10^{-5}$  моль/л

*Визначення концентрації кобальту(II) в контрольному розчині.* У мірну колбу місткістю 50 мл вносять 25 мл досліджуваної води, 0.5 мл розчину нітрозо-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  $\text{Co}^{2+}$  з  $\text{SCN}^-$ .

*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

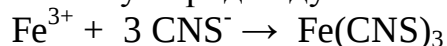
*Визначення концентрації кобальту(II) в контрольному розчині.* У мірну колбу місткістю 25 мл вносять 10 мл досліджуваної води, 1.5 мл розчину сірчаної кислоти, 0.5 мл розчину калію тіоціанату, 1.0 мл розчину натрію фториду, 10 мл ацетону і доводять дистильованою водою до мітки. Готовий розчин переливають 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 феруму. 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  $\text{NH}_4\text{CNS}$ ). 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  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$  аналізом води без розведення визначають безпосередньо за калібрувальним графіком залежності оптичної густини розчину роданіду окисного заліза від концентрації, а при розведенні розраховують за формулою:

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

$C_K$  – концентрація заліза, знайдена за калібрувальним графіком;

$V_1$  – загальний об'єм досліджуваної та дистильованої води, мл;

$V_2$  – об'єм досліджуваної води, взятої для аналізу, мл.

*Одержання калібрувального графіку.* Готують основний розчин залізоамонійних квасців: 0,8634 г  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  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  $\text{Fe}^{3+}$ /л.

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



## 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.