



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДВНЗ «Прикарпатський національний університет
імені Василя Стефаника»

Факультет природничих наук
Кафедра хімії

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ НІТРИТІВ У
КОВБАСАХ ТА ІНШИХ М'ЯСОПРОДУКТАХ
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

ІНСТРУКЦІЯ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

із дисципліни «Аналітична хімія харчових продуктів»

ІВАНО-ФРАНКІВСЬК
2020

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

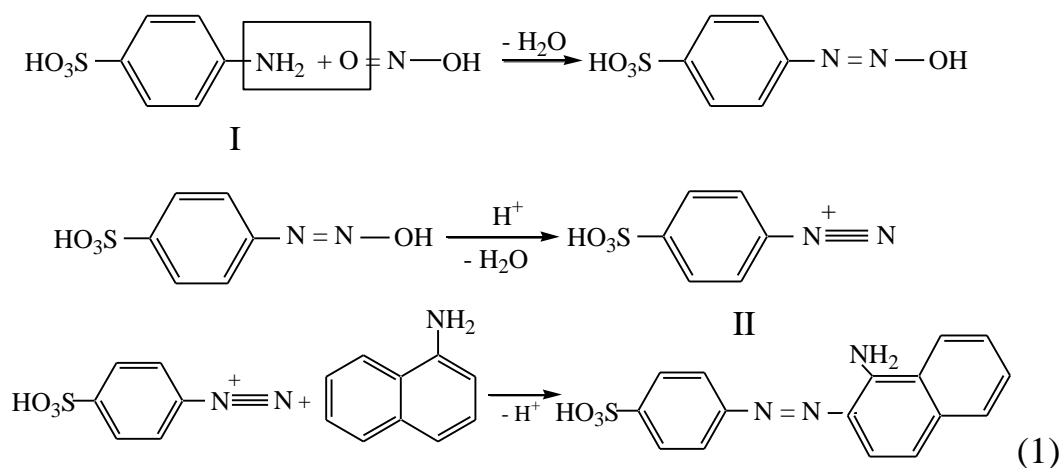
Тема: визначення вмісту нітритів у ковбасах та інших м'ясопродуктах спектрофотометричним методом.

Мета: навчитися визначати вміст нітритів у ковбасах та інших м'ясопродуктах, будувати калібрувальну криву, обробляти отримані результати аналізу.

Обладнання та реактиви: NaNO_2 (х.ч.); крижана оцтова кислота; 1%-й розчин сульфанілової кислоти; 0,1%-й розчин α – нафтиламіну; $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; NaOH (0,1 моль/л); спектрофотометр ULAB-102 UV, кювети з товщиною поглинаючого шару 10 мм, електронні ваги, мірні колби на 50 cm^3 і 100 cm^3 , піпетки об'ємом на 1,0; 2,0; 5,0 та 10,0 cm^3 , скляні палички, лійки, фільтрувальний папір.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

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



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

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Приготування розчинів та підготовка до аналізу

1.1. Приготування основного стандартного розчину нітритів.

1,5 г нітриту натрію 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.

1.2. Приготування робочого стандартного розчину нітритів.

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

1.3. Приготування оцтової кислоти з масовою часткою 12%.

25 мл крижаної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою до об'єму 200 мл.

1.4. Приготування реактиву Грісса.

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

2. Підготовка проби м'ясопродукту.

2.1. Приготування водної витяжки з м'ясопродукту.

У хімічній склянці зважують наважку подрібненого м'ясопродукту масою близько 5 г з похибкою не більше ніж 0,001 г, наливають 30-40 мл дистильованої води, підігрітої до 60 °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, додаються 10 мл розчину гідроксиду калію (або натрію) з молярною концентрацією 0,1 моль/л і 40 мл насиченого розчину сульфату цинку ($ZnSO_4$) перемішують. Нагрівають склянку з розчином на водяній бані за температури 100 °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. Через 30 - 40 хвилин оптичну густина вимірюють при 526 нм в кюветі на 10 мм (розчин порівняння – холостий розчин).

3. Побудова калібрувальної кривої.

Для побудови якогось у мірні колби на 50 см³ вносять 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15 та 25 см³ стандартного розчину (0,001 мг NO_2^- /см³), до кожної проби додають 2 см³ розчину реактиву Грісса, доводять об'єм водою до мітки, закривають пробкою і ретельно перемішують. В одержаних розчинах концентрація нітритів у перерахунку на досліджувану пробу дорівнює 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,3 та 0,5 мг NO_2^- /дм³.

Оптичну густина приготованих розчинів вимірюють через 30 - 40 хвилин на спектрофотометрі, використовуючи світлофільтр із довжиною хвилі ($\lambda = 526$ нм) у кюветах із товщиною поглинаючого світлошару 10 мм. У якості розчину порівняння використовують холостий розчин. За отриманими даними, будують калібрувальний графік (Рис. 1.б) – залежність оптичної густини від початкової концентрації розчину порівняння (c_o , мг NO_2^- /дм³).

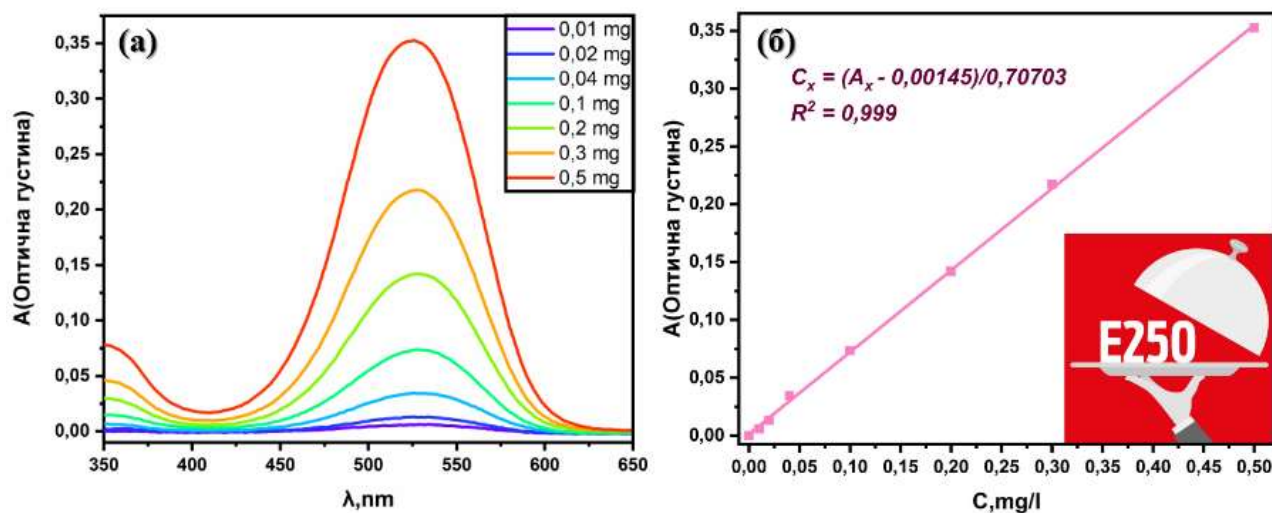


Рис.1. а) залежність оптичної густини еталонних розчинів від довжини хвилі випромінювання; б) калібрувальний графік для визначення концентрації нітритів (мг/л).

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації іонів NO_2^- від оптичної густини розчину, враховуючи розведення ($K_p = V_k / V_a$):

$$C_x = \frac{A_x - 0,00145}{0,70703} \cdot K_p \quad (1)$$

4. Оброблення та оформлення результатів аналізу.

Масова частку нітритів ω у досліджуваному м'ясопродукті розраховують за формулою

$$\omega = (100 \cdot C_x \cdot 100) / (1000 \cdot m), \text{ мг в } 100 \text{ г м'ясопродукту} \quad (2)$$

де m - наважка продукту, г; C_x - вміст нітритів, що визначають у мг/л, розраховують за формулою 1. За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне значення двох паралельних вимірювань, якщо розбіжність між ними не перевищує 10%. Отримані результати заносять до табл. 1.

Таблиця 1

№ з/п	Досліджуваний продукт	A_x	C_x , мг/л	ω , мг/100 г

Контрольні питання

1. Назвіть джерела надходження нітратів і нітритів в організм людини.
2. Чим зумовлена проблема забруднення продуктів нітритами?
3. Назвіть джерела надходження нітратів у продукти тваринного походження.
4. Як накопичують нітратами різні анатомічні частини овочів?
5. Назвіть зовнішні (природні) фактори впливу на накопичення нітратів у рослинах.