

# **Практическая работа №2**

**Способы пробоподготовки  
продовольственного  
сырья и пищевых  
продуктов к анализу.**

# **Минерализация**

Под минерализацией в химическом анализе понимается разложение органических веществ и материалов на их основе с целью выделения определяемых элементов в виде устойчивых неорганических соединений, удобных для последующего анализа.

Минерализация участвует в определении токсичных элементов, а также среднего и предельно допустимого содержания концентраций металлов в пищевых продуктах.

Важнейшей стадией анализа микроэлементов в пищевых продуктах является минерализация для освобождения от органических соединений. Для этих целей используют как сухую, так и мокрую минерализацию.

# Методы минерализации

- Метод сухой минерализации - основан на полном разложении органических веществ путём сжигания пробы сырья или продуктов в электропечи при контролируемом температурном режиме.
- Метод мокрой минерализации - основан на полном разрушении органических веществ продукта при нагревании серной и азотной кислотами с добавлением хлорной кислоты или перекиси водорода.
- Минерализация пробы с помощью резистивного нагрева в автоклавных модулях. Метод основан на полной минерализации пробы смесью азотной кислоты и перекиси водорода в герметично замкнутом объёме аналитического автоклава при воздействии повышенной температуры и давления.

# Метод сухой

## МИНЕРАЛИЗАЦИИ

Объекты: Любой вид продуктов, кроме животных, растительных жиров и масел.

Аппаратура, реактивы:

Шкаф сушильный лабораторный; Электродпечь сопротивления камерная лабораторная; Весы лабораторные с пределом взвешивания 500г; Щипцы тигельные; пипетки, цилиндры; Колбы конические 1000см<sup>3</sup>; Фильтры «Синяя лента»; Раствор кислоты соляной (1:1); Раствор кислоты азотной (1:1); Кислота азотная концентрированная

Подготовка к минерализации:

Перед началом минерализации химическую посуду тщательно моют раствором азотной кислоты, и раствором соляной кислоты. Ополаскивают дистиллированной водой 3-4 раза и тщательно высушивают.

Пробы, содержащие СО<sub>2</sub> (пиво, шипучие и игристые вина, минеральные воды) освобождают от него.

В чашку или тигель берут навеску пробы с помощью весов или пипетки, если проба жидкая. Масса навески пробы зависит от метода определения токсичных элементов и указана в таблице 5.

Ход анализа: При содержании в продукте влаги до 20% чашку с навеской предварительно обугливают в электродпечи. После прекращения выделения дыма чашку помещают в электродпечь на 2500С.

При содержании влаги 20-80% пробу высушивают в сушильном шкафу (1500С). Затем обугливают содержимое чашки над газовой горелки. После прекращения дымления помещают чашку в электродпечь (2500С).

При содержании влаги более 80% проводят следующим образом: виодельческую продукцию упаривают досуха и помещают в электродпечь (1500С). Навески жидких молочных продуктов обрабатывают раствором азотной кислоты из расчёта 1см<sup>3</sup> на 50г продукта и помещают в электродпечь (1500С).

После окончания обугливания минерализацию проводят постепенно повышая температуру до 4500С (500С каждые 30 мин). При этой температуре продолжают минерализовать до получения серой золы (зерно и зернопродукты минерализуют при 5000С).

Чашку с золой вынимают из электродпечи через 10-15часов, охлаждают до комнатной температуры и смачивают раствором азотной кислоты.

Затем кислоту выпаривают на водяной бане и выдерживают в сушильном шкафу (1400С). После чего чашку помещают в охлаждённую электродпечь и доводят температуру до 3000С и выдерживают до 0,5часа.

Цикл повторяют несколько раз до получения белой или слегка окрашенной золы без обугленных частиц.

# Метод мокрой минерализации

Объекты: все виды сырья и продуктов, кроме сливочного масла и животных жиров.

Аппаратура, реактивы:

Весы лабораторные с пределом взвешивания 500г

Водяная баня

Электроплитка

Колбы Кьельдаля 50см<sup>3</sup>, 100см<sup>3</sup>, 250см<sup>3</sup>

Стаканы, цилиндры, воронки, пипетки

Колбы мерные 50см<sup>3</sup>, 100см<sup>3</sup>

Колбы конические

Стеклянные шарики

Фильтры «Синяя лента»

Кислота азотная конц.

кислота серная конц.

Кислота соляная конц.

Кислота хлорная

раствор азотной кислоты (1:1)

Раствор соляной кислоты (1:36)

Перекись водорода

Вода дистиллированная

Подготовка к минерализации:

Перед началом минерализации химическую посуду тщательно моют раствором азотной кислоты, и раствором соляной кислоты.

Ополаскивают дистиллированной водой 3-4 раза и тщательно высушивают.

Навеску жидких и пюреобразных продуктов отбирают в плоскодонную колбу.

Навески твёрдых и пастообразных продуктов отбирают на обеззоленный фильтр, заворачивают в него и стеклянной палочкой помещают в колбу Кьельдаля.

Пиво, безалкогольные напитки освобождают от углекислого газа и отбирают пипеткой в колбу Кьельдаля. Упаривают до 10-15 см<sup>3</sup>.

Сухие продукты помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 15см<sup>3</sup> воды, перемешивают. Желатин оставляют на 1 час для набухания.

Ход анализа: в колбу Кьельдаля с навеской вносят азотную кислоту (2-3см<sup>3</sup> на 1г сухого вещества) и выдерживают в течение 12 часов. После этого в колбу помещают стеклянные шарики 2-3 шт и кипятят в течение 1,5-2 часов.

После охлаждения в колбу осторожно прибавляют по 5см<sup>3</sup> концентрированной азотной и серной кислот и нагревают в течение 1,5-2 часов. Нагревание прекращают, как только парообразование становится чрезмерным.

Если раствор в колбе не обесцветился, то колбу охлаждают и добавляют 5см<sup>3</sup> азотной кислоты и 2,5см<sup>3</sup> перекиси водорода и кипятят 1,5-2 часа. Процедуру проводят до полного обесцвечивания. В колбе при кипячении всегда должно оставаться не менее 5см<sup>3</sup> жидкости.

Для удаления остатков кислот из раствора добавляют дистиллированной воды 20см<sup>3</sup> кипятят до выделения белых паров. Затем в колбу добавляют 20см<sup>3</sup> воды и 0,1-0,2 г сернокислого гидроксида и кипятят ещё 1,5-2 часа.

# Минерализация пробы с помощью резистивного нагрева в автоклавных модулях

Объекты: любой вид пищевой продукции и продовольственного сырья.

Аппараты, реактивы:

Комплекс автоклавной пробоподготовки;

Весы лабораторные общего назначения;

Колбы мерные 50см<sup>3</sup>;

Пипетки мерные 10см<sup>3</sup>;

Воронки стеклянные;

Палочки стеклянные;

Фильтры «Синяя лента»;

Гомогенизатор;

Кислота азотная, особо чистая, концентрированная;

Водорода перекись;

Вода дистиллированная

Ход анализа:

Отбор проб проводят соответственно нормативным документам на продукцию или сырьё.

Навеску пробы помещают в реакционную ёмкость, добавляют смесь реактивов ( $\text{HNO}_3$  и  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) и выдерживают при комнатной температуре при необходимости (см табл.6).

После выполнения всех необходимых условий, описанных в таблице 6, реакционную ёмкость закрывают и герметизируют в металлическом корпусе автоклава.

Затем автоклав ставят в термостат, устанавливают на пульте управления температурную программу (см. табл. 6) и запускают минерализацию.

Независимо от того, сколько проб необходимо минерализовать, каждая серия минерализации должна сопровождаться контрольным образцом. Контрольный образец представляет собой смесь азотной кислоты и перекиси водорода без анализируемого образца и минерализуется в тех же условиях что и проба.

По окончании минерализации с помощью приспособления для переноса автоклавы извлекают из термостата и помещают в устройство охлаждения. Охлаждение проводят до тех пор, пока автоклав не примет комнатную температуру (30-60 мин).

Разгерметизацию автоклава осуществляют в соответствии с правилами, изложенными в техпаспорте, в вытяжном шкафу, в резиновых перчатках во избежание попадания паров азотной кислоты на кожу рук. Извлекают реакционную камеру, открывают крышку, раствор количественно переносят в мерную колбу посредством воронки, обмывая внутреннюю полость и крышку автоклава небольшими порциями (2-3 см<sup>3</sup>) бидистиллированной воды. При необходимости аналит фильтруют.

# **Недостатки сухой и мокрой минерализации перед современными методами**

Недостаток сухой минерализации состоит в длительности (для сахаров 30 ч), возможной потере летучих элементов. Этот способ не применяют при анализе следовых количеств элементов, либо осуществляют минерализацию в замкнутой системе.

Мокрая минерализация должна обеспечить полное удаление органических соединений; постоянство содержания определяемого металла; нахождение элементов в постоянной химической форме, пригодной для определения выбранным методом. Если первое условие легко выполнимо, то два других связаны со сложностью из-за летучести, возможности образования нерастворимых осадков, адсорбции на поверхности посуды. Потери при этом сводятся к минимуму, но возрастает возможность загрязнения за счет реактивов. Также объектами этих методов могут выступать не все продукты питания.

# Автоклавный комплекс

## МКП-04

Автоклавный комплекс МКП-04, состоит из следующих частей:

- автоклавы аналитические НПВФ                      ТУ  
48-0572-31-259;  
"АНКОН-АТ-2"
- термостат ТМ6м, обеспечивающий  
поддержание заданного температурного  
режима в интервале  
(160 - 240) °С с погрешностью +/- 5 °С;
- прибор регулирования температуры  
автоматический ПР.ТРА-1,0;
- устройство для охлаждения автоклавов.



**Реагенты используемые при  
минерализации в герметично-закрытых  
системах**

- Кислота азотная, особо чистая, концентрированная;
- Водорода перекись;
- Соляная кислота.

# От чего зависит объём минерализуемой пробы?

Масса  
навески  
пробы зависит  
от метода  
определения  
ТОКСИЧНЫХ  
элементов и  
указана в  
таблице

Группа продуктов	мг/кг, не более
Мясо и мясные продукты (кроме копченых)	0,002
Копченые мясные продукты	0,004
Рыба и рыбопродукты	0,003
Зерновые, зернобобовые, крупы, мука, хлебобулочные и макаронные изделия	0,002
Пивоваренный солод	0,015
Пиво, вино, водка, др. спиртные напитки	0,003