

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 12.01.2022 13:20:03
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf75e943df4a4851fda56d089

МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра товароведения, технологии и экспертизы товаров

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова
« 12 » 12 2021г.



СОВРЕМЕННЫЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СЫРЬЯ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Методические указания по выполнению практических занятий
для студентов направления подготовки 19.04.02 «Продукты питания
из растительного сырья»

Курск 2021

УДК 620.2

Составитель: М.А. Заикина

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *А.Е. Ковалева*

Современные физико-химические методы анализа сырья и пищевых продуктов : методические указания по выполнению практических занятий /Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: М.А. Заикина. Курск, 2021. 32 с. Библиогр.: с. 31-32.

Приводится перечень практических занятий, цель их выполнения, материальное обеспечение, краткие теоретические сведения, вопросы для контроля знаний, рекомендуемую литературу.

Методические указания предназначены для студентов очной формы обучения направления подготовки 19.04.02 Продукты питания из растительного сырья.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать . Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 1,9. Уч. - изд. л. 1,7. Тираж 100 экз. Заказ *1454*. Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	4
Правила оформления	5
Работа №1 – Ознакомление с устройством и принципом работы газового хроматографа, определение количества пестицидов в предложенных образцах плодоовощной продукции	6
Работа №2 – Ознакомление с устройством и принципом действия жидкостного хроматографа, определение деструкции основных водорастворимых витаминов в отварах и настоях, приготовленных из растительного сырья.	13
Работа №3 - Ознакомление с устройством и принципом действия атомно-абсорбционного спектрофотометра типа «Сатурн», определение токсичных элементов атомно–абсорбционным методом в предложенных образцах пищевых продуктов	18
Работа №4 - Изучение принципа работы экспресс-анализатора качества сред КС МК “Луч”. Определение массовой концентрации ионов натрия в пищевых продуктах ионометрическим методом	25
Список рекомендательной литературы	31

ВВЕДЕНИЕ

В современных рыночных условиях проблемы определения качества, повышения питательной ценности и потребительских достоинств пищевых продуктов решаются на основе глубокого исследования их состава, физико-химических и реологических свойств с использованием современных методов анализа, т.к. в последнее время широко распространена фальсификация пищевых продуктов и выпуск недоброкачественной продукции.

Организация эффективного аналитического контроля за качеством сырья и продуктов его переработки стимулировала разработку и внедрение различных современных методов анализа. Универсальных методов, пригодных для анализа любых пищевых продуктов или определения в них элементов в широком диапазоне и концентраций, не имеется, поэтому обычно используют аналитические методы в различных сочетаниях.

Ассортимент пищевых продуктов, выпускаемых предприятиями пищевой промышленности, в настоящее время достаточно велик, и развитие отрасли развивается по следующим направлениям:

- совершенствование способов хранения пищевого сырья,
- разработка рациональных способов хранения пищевого сырья готовой продукции
- разработка новых прогрессивных технологий производства продуктов питания,
- улучшение организации торговли пищевыми продуктами и т. д.,

На всех этих стадиях жизненного цикла товаров должен проводиться физико-химический анализ качества продовольственных товаров, поступающий на потребительский рынок.

Современные методы исследования позволяют устанавливать безвредность продуктов в связи с возможным попаданием в них различных химических соединений, применяемых для борьбы с вредителями сельского хозяйства (пестициды), радиоактивных изотопов, а также искусственных красителей, химических консервантов, полициклических ароматических углеводородов, тяжелых металлов и т.д.

Применение современных методов исследования пищевых продуктов дает возможность не только изучить их свойства, качество и пищевую ценность, но и вскрыть изменения состава, не обнаруживаемыми органолептическими или обычными физическими и химическими методами, прогнозировать изменение качества, установить способы хранения и сроки использования

Настоящее методическое пособие предназначено для студентов, обучающихся по специальностям 19.04.02 «Продукты питания из растительного сырья».

В программе этой специальности предусматривается изучение дисциплины «Современные физико-химические методы анализа сырья и пищевых продуктов». В структуре названного курса предусматривается изучение физико-химических и количественных характеристик, изменение свойств при различных технологических процессах, основы теории контроля физико-химических свойств продуктов.

Перечисленные проблемы являются неотъемлемым элементом профессиональных знаний, умений и навыков технолога, требуют серьезного изучения проблем качества пищевых продуктов с учетом современных достижений науки и техники и развития нормативно-правовой базы.

Методики контроля показателей качества и безопасности широко представлены в различных стандартах, научно-технической и учебной литературе. Однако эти методики часто основываются на разных принципах и поэтому при исследовании одних и тех же объектов дают заметные расхождения. Это вызывает необходимость проводить математическую обработку полученных результатов анализа на наличие ошибок и сходимости данных, полученных разными методами и в различных лабораториях. Поэтому в пособии приводятся методы математической обработки получаемых данных.

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ РАБОТ

1. Отчеты по каждой теме работы оформляются в тетради по лабораторным работам, которую студенты сохраняют и предоставляют при сдаче зачета.

2. В отчете указывается дата, номер и название работы, цель ее выполнения, объекты и результаты исследования. После каждого задания должно быть сделано заключение с обобщением, систематизацией или обоснованием результатов исследований.

3. Каждую выполненную работу студент защищает в течение учебного семестра.

РАБОТА № 1

ОЗНАКОМЛЕНИЕ С УСТРОЙСТВОМ И ПРИНЦИПОМ РАБОТЫ ГАЗОВОГО ХРОМАТОГРАФА, ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ПЕСТИЦИДОВ В ПРЕДЛОЖЕННЫХ ОБРАЗЦАХ ПЛОДООВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

Цель работы: изучить устройство и принцип действия газового хроматографа, освоить методику пробоподготовки и приготовления образцов для последующего проведения хроматографического анализа.

Учебное время: 4 часа.

Материальное обеспечение

1. Сырье: плодоовощные консервы, свежее растительное сырьё.
2. Оборудование и материалы: газовый хроматограф «Кристалл – 2000» или другие марки, имеющиеся в наличии в лаборатории; весы лабораторные; разновесы; баллоны стальные малого и среднего объема для газов; микрошприц; колонки хроматографические стеклянные для газового хроматографа; насадки для колонки.
3. Реактивы: кислота серная плотностью 1,84 г/см³; гексан, очищенный концентрированной серной кислотой, отмытый дистиллированной водой, высушенный кристаллическим едким кали; ацетон перегнанный; аммиак водный; спирт этиловый ректифицированный технический; хлороформ перегнанный; этилацетат перегнанный, ацетонитрил, бензол, 2-феноксиэтанол; водорода пероксид 30%-ный раствор; натрий сульфат безводный; натрий углекислый кислый; серебро азотнокислое, силикагель марки АСК; измельченный и просеянный через сито 0,30 мм; вода

дистиллированная; уголь активированный любой марки; бумага индикаторная универсальная для определения рН; эталоны хлорорганических пестицидов: кельтана, ДДТ, Л₁Д, ДДЭ. ГХЦГ, альдрин, гептахлор гарантированной степени чистоты с содержанием основного вещества не менее 95%.

4. Химическая посуда: колбы перегонные, колбы мерные 50, 100, 50 см³, воронки химические, колбы конические, цилиндры мерные 50, 100 см³, пробирки с притертыми пробками вместимостью 10 см³, стеклянные банки с притертыми крышками, вместимостью 500, 1000 см³, воронки делительные, стакан 50 см³, пипетки, 1,2,5,10 см³, палочки из химико-лабораторного стекла, вата медицинская гигроскопическая, бумага фильтровальная лабораторная или фильтры бумажные.

Краткие теоретические сведения

Устройство и принцип действия газового хроматографа.

Газовая хроматография является частным случаем хроматографических методов, когда подвижной фазой является газ. Таким образом, газовая хроматография представляет собой процесс, в котором разделение смеси происходит с помощью подвижной газовой фазы, проходящей над сорбентом.

Анализ методом ГХ выполняют на газовом хроматографе, принципиальная схема которого приведена на рис. 1.

Газ-носитель из баллона 1 с постоянной скоростью пропускают через хроматографическую систему. Пробу вводят микрошприцем в дозатор, который нагрет до температуры, необходимой для полного испарения хроматографируемого вещества. Пары анализируемой смеси захватываются потоком газа-носителя и поступают в хроматографическую колонку, температура которой поддерживается на требуемом для проведения анализа уровне (она может быть неизменной или по необходимости меняться в заданном режиме). В колонке анализируемая смесь делится на компоненты, которые поочередно поступают в детектор. Сигнал детектора фиксируется (в виде пиков) и обрабатывается вычислительным интегратором.

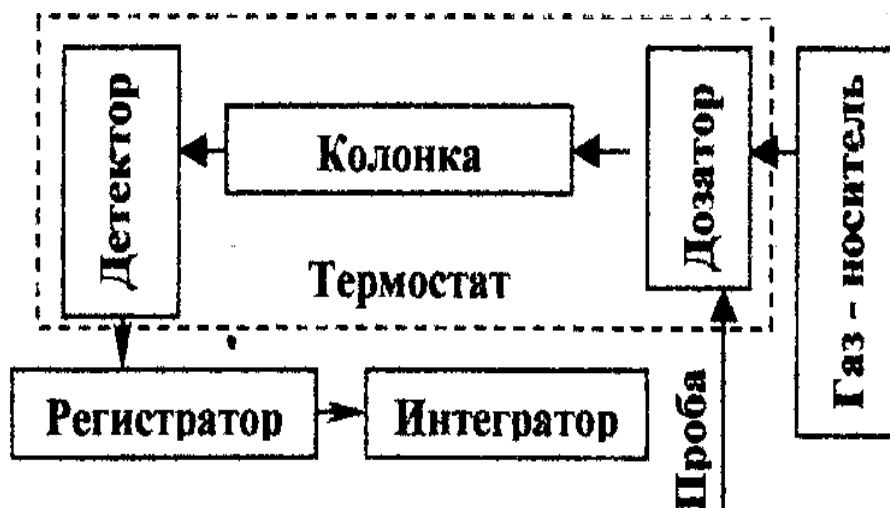


Рисунок 1 - Блок – схема газового хроматографа

В ГХ используют детекторы, которые преобразуют в электрический сигнал изменения физических или физико-химических свойств газового потока, выходящего из колонки, по сравнению с чистым газом-носителем. Существует множество детекторов, однако широкое применение находят только те из них, которые обладают высокой чувствительностью и универсальностью. К таким относятся: катарометр (детектор по теплопроводности); пламенно-ионизационный детектор (ПИД), в котором водородное пламя служит источником ионизации органического соединения; детектор электронного захвата (ЭЗД); термоионный детектор (ТИД), который обладает высокой селективностью к органическим веществам, содержащим фосфор, азот и серу. Интерес к этому детектору заметно возрос в связи с применением хлорсодержащих и фосфорсодержащих пестицидов, используемых в сельском хозяйстве и попадающих затем в пищевые продукты.

Катарометр позволяет определить концентрации веществ в пределах 0,1 – 0,01%, ПИД – 10^{-3} – $10^{-5}\%$; ЭЗД – 10^{-6} – $10^{-10}\%$. Современные детекторы позволяют определить даже пиктограммы (10^{-12} г) вещества в пробе.

Характеристика хлорорганических пестицидов.

Пестицидами называют большую группу различных химических веществ, обладающих значительной химической и биологической активностью, губительным действием в отношении различных вредителей. Их используют в растениеводстве, животноводстве, медицинской паразитологии, в некоторых отраслях промышленности.

В зависимости от производственного назначения различают более 20 групп пестицидов. В зависимости от пути поступления в организм объекта их подразделяют на препараты контактного, кишечного, фумигационного и другого действия. Особенность фунгицидов как загрязнителей окружающей среды - их биологическая активность по отношению к нецелевым организмам и побочное действие.

Пестициды загрязняют почву, грунтовые и питьевые воды. Пестициды постоянные загрязнители пищевых продуктов. Необходимо различать токсичность и опасность пестицидов. Степень токсичности определяют величиной дозы вещества, вызывающей нарушение процессов жизнедеятельности. К критериям опасности относят устойчивость в окружающей среде, стойкость к физическим, химическим и прочим факторам при технологической и кулинарной обработке сельскохозяйственного сырья.

Широко распространены хлорорганические пестициды (ХОП). К ним относятся препараты различного назначения: инсектициды, фунгициды и др., которые используются для борьбы с вредителями и болезнями вегетирующих продовольственных и технических культур, почвообитающими вредителями, для обработки складских помещений, хранящихся хлебных запасов, протравления семян.

Перечень неблагоприятных последствий широкого применения пестицидов велик – загрязнение почвы, продуктов питания, хронические заболевания и острые отравления, врождённые аномалии развития, детская смертность и т. д.

Хлорорганические и ртутьорганические соединения имеют тенденцию накапливаться в живых организмах. Во многих случаях пестициды не только накапливаются в организме в количестве большем чем, в окружающей среде, но их концентрация возрастает по мере продвижения по пищевым цепям, что является эффектом биологического усиления.

Примером хлорорганических соединений являются гексахлорбензол, гексахлорбутадиен, гептахлор и т.д.

Поэтому в условиях постоянного повышения роли химического воздействия в окружающей и продовольственной среде проблемы оценки степени потенциальной опасности пестицидов является одной из ключевых.

Задание. Провести пробоподготовку.

Метод основан на экстракции пестицидов этилацетатом, очистке экстракта концентрированной серной кислотой или силикагелем АСК с последующим анализом хлорорганических пестицидов на газовом хроматографе с детектором захвата электронов и предназначен для анализа остаточных количеств пестицидов альфа-, бета-, гамма - ГХЦГ, кельтана, альдрина, гептахлора, ДЦТ и (его метаболитов).

Из объединенной пробы продукта отбирают навеску массой 50,0 г, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³ и заливают 100 см³ этилацетата. Содержимое колбы перемешивают в течение 20 мин на аппарате для встряхивания.

Экстракт декантируют в круглодонную колбу, пропуская через слой безводного сернокислого натрия. Эту операцию повторяют еще 2 раза. Экстракт объединяют и концентрируют с помощью ротационного испарителя досуха при температуре водяной бани 40—45 °С.

Сухой остаток количественно переносят с помощью 5 см³ гексана в делительную воронку вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ концентрированной серной кислоты и содержимое воронки осторожно встряхивают 5—10 раз. После разделения слоев нижний слой сливают и отбрасывают. Очистку экстракта повторяют еще несколько раз. Очищенный экстракт промывают дважды раствором бикарбоната натрия с массовой долей 1 % порциями по 5 см³, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод. Гексановый раствор количественно переносят в колбу грушевидной формы вместимостью 25 см³ и отгоняют на ротационном испарителе при температуре водяной бани 40—45 °С.

Если анализируют объекты, содержащие жир, то полученный экстракт подвергают дополнительной очистке на колонке. Сухой остаток растворяют в 10 см³ гексана, переносят на подготовленную колонку, и элюируют пестициды с помощью 110 см³ смеси бензола с гексаном в соотношении 4:7 со скоростью одна капля в секунду. Элюат обезвоживают, пропуская через слой безводного сернокислого натрия, и отгоняют растворитель досуха.

Для очистки экстракта от восков полученный сухой остаток растворяют охлажденной смесью ацетона и воды в соотношении 2 : 1 и выдерживают 30 мин в холодильнике. Воски отфильтровывают

через бумажный фильтр, который промывают охлажденной смесью ацетона и воды 2:1. Пестициды экстрагируют из водно-ацетонового раствора гексаном. Растворитель упаривают.

Сухой очищенный остаток растворяют в колбе, внося пипеткой 1 см³ гексана, 0,1 см³ полученного раствора подвергают хроматографированию.

Подготовка хроматографической колонки

Сухую стеклянную колонку, предварительно промытую хромовой смесью, этиловым спиртом, затем диэтиловым эфиром, заполняют носителем с помощью вакуумного или водоструйного насоса. При этом набивку колонки периодически уплотняют, постукивая по колонке деревянной палочкой. Установленную в термостате хроматографическую колонку перед работой кондиционируют в следующем режиме: 2 ч при 100 °С; 2 ч при 150 °С; 4 ч при 200 °С; 4 ч при 220 °С. При кондиционировании колонка должна быть отключена от детектора. Кондиционирование следует проводить при смене колонки, а также после длительных перерывов в работе.

Задание 2. Приготовить градуированные растворы пестицидов.

Основные градуировочные растворы с массовой концентрацией (100±0,5) мкг/см³ готовят весовым способом отдельно для каждого пестицида путем растворения навески 10 мг в мерной колбе вместимостью 100 см³ в гексане. Из основных растворов готовят промежуточные градуировочные растворы массовых концентраций: 1 мкг/см³ (раствор 1), 0,1 мкг/см³ (раствор 2) и 0,01 мкг/см³ (раствор 3), перенося пипеткой в мерные колбы вместимостью 100 см³ соответственно 1 и 0,1 см³ основного раствора пестицида. Для приготовления промежуточного раствора 3 с содержанием 0,01 мкг/см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 1 см³ промежуточного раствора 1 и доводят до метки гексаном.

Задание 3. Определить содержание пестицидов X₂ мг/кг, в анализируемом сырье или в консервах.

Содержание пестицидов X₂ мг/кг, в анализируемом сырье или в консервах вычисляют в соответствии с градуировочными графиками по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 V_1}{m_2 V_2}$$

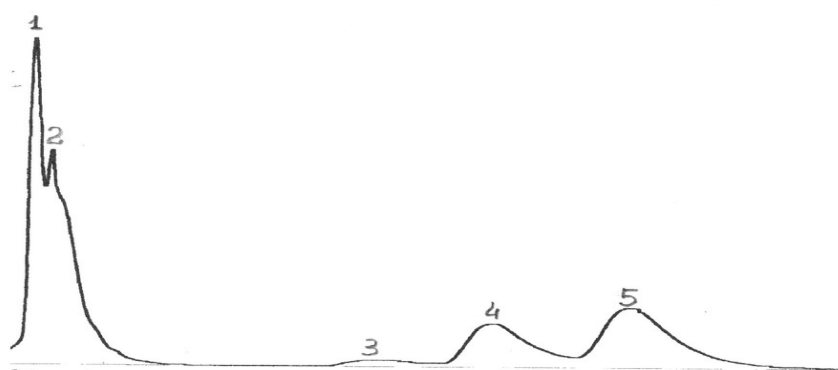
где m_1 — масса пестицида, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_1 — общий объем раствора, из которого взята аликвота для хроматографирования, см³;

m_2 — масса анализируемой пробы, г;

V_2 — объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкдм³.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака (рис.3)



Рисунке 2 - Хроматограмма, обнаруженных хлорорганических пестицидов в гранатах, купленных на рынке;

где пик 1 — α -ГХЦГ; пик 2 — γ -ГХЦГ; пик 3 — ДДЕ; пик 4 — ДДД; пик 4 — ДДТ;

(примечание: проба разбавлена в 20 раз)

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое значение результатов \bar{x} двух параллельных измерений, расхождение между которыми по абсолютной величине не должно превышать 20 % по отношению к среднему арифметическому при $P = 0,95$.

При измерении содержания пестицидов в овощах и фруктах, соках, компотах, пюре полнота обнаружения варьирует для альфа-ГХЦГ в пределах 75-89 %, бета-ГХЦГ 73-85 %, гамма-ГХЦГ (линдан) 77-88 и, 4,4'-ДДТ 75-85 %, 4,4'-ДДЭ 65-72 %, 4,4'-ДДД 75-86 %, гепталора 70-89 %, кельтана 73—85 %, альдрина 80—95 %.

Минимально обнаруживаемые количества анализируемых соединений с помощью газожидкостной хроматографии составляют для альфа-, бета-, гамма-ГХЦГ — 0,001 нг, для гептахлора, альдрина

и кельтана — 0,01 нг, для 4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЭ и 4,4'-ДДД-0,6 нг.

По результатам анализа делают вывод о наличии и количественном содержании пестицидов в испытуемых образцах.

Вопросы для контроля знаний.

1. Что такое пестициды?
2. В чём заключается их вред для организма человека?
3. Почему нужно постоянно контролировать содержание пестицидов в пищевых продуктах?
4. В чём заключается принцип действия газового хроматографа?
5. Как провести подготовку проб для проведения анализа?
6. Как обсчитать полученные результаты?

РАБОТА № 2

ОЗНАКОМЛЕНИЕ С УСТРОЙСТВОМ И ПРИНЦИПОМ ДЕЙСТВИЯ ЖИДКОСТНОГО ХРОМАТОГРАФА, ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕСТРУКЦИИ ОСНОВНЫХ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ВИТАМИНОВ В ОТВАРАХ И НАСТОЯХ, ПРИГОТОВЛЕННЫХ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ.

Цель работы: изучить устройство и принципы действия жидкостного хроматографа, освоить методику пробоподготовки и приготовления образцов для последующего проведения хроматографического анализа.

Учебное время: 4 часа.

Материальное обеспечение

1. Сырье: ягоды рябины, яблоки, груша, смородина, абрикосы (любое витамин содержащее растительное сырье).
2. Оборудование и материалы: жидкостной хроматограф, весы аналитические, весы лабораторные, разновесы, плитка электрическая.
3. Реактивы: ацетонитрил, фосфорная кислота, NaH_2PO_4 , диэтиламин, порошок витамина С, В₁, В₂, РР.

4. Химическая посуда: пипетки мерные 2,5,10 см³; колбы конические 100,250 см³ п/п, воронки стеклянные, фильтровальная бумага.

Краткие теоретические сведения

Хроматография – это метод разделения компонентов смеси, основанный на различии в равновесном распределении их между двумя несмешивающимися фазами, одна из которых неподвижна, а другая подвижна. Компоненты образца движутся по колонке, когда они находятся в подвижной фазе, и остаются на месте, когда находятся в неподвижной фазе. Чем больше сродство компонента к неподвижной фазе и чем меньше к подвижной, тем медленнее он движется по колонке и тем дольше в ней удерживается. За счет различия в сродстве компонентов смеси к неподвижной и подвижной фазам достигается основная цель хроматографии – разделение за приемлемый промежуток времени смеси на отдельные полосы компонентов по мере их продвижения по колонке с подвижной фазой.

Из этих общих представлений ясно, что хроматографическое разделение возможно только в том случае, если компоненты образца, попадая в колонку при вводе пробы, во-первых, будут растворены в подвижной фазе и, во-вторых, будут взаимодействовать (удерживаться) с неподвижной фазой. Если при вводе пробы какие-то компоненты находятся не в виде раствора, они будут отфильтрованы и не будут участвовать в хроматографическом процессе. Точно также компоненты, не взаимодействующие с неподвижной фазой, пройдут через колонку с подвижной фазой, не разделяясь на компоненты.

Устройство и принцип действия жидкостного хроматографа.

Любой жидкостный хроматограф состоит из следующих частей:

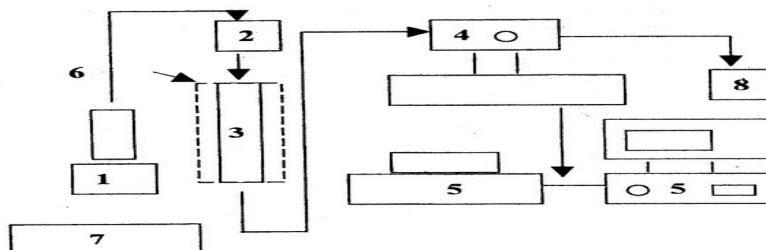


Рисунок 3- Блок – схема газового хроматографа:

1 - насос; 2 - узел ввода пробы; 3 - хроматографическая

колонка; 4 - детектор; 5 - регистратор (самописец, интегратор или компьютер); 6 - термостат колонок; 7 - узел подготовки элюента с емкостями для элюента; 8 - смесь элюента или коллектор фракций.

Принцип действия хроматографа заключается в следующем: раствор анализируемой смеси с помощью узла ввода пробы вносится в верхнюю часть хроматографической колонки. С помощью насоса анализируемая смесь прокачивается элюентом через хроматографическую колонку, в которой происходит разделение анализируемой смеси на отдельные вещества (компоненты).

Вытекающий из колонки элюат, содержащий отдельные компоненты анализируемой смеси, регистрируется детектором, показания которого фиксируются регистратором.

Приготовление настоя для определения витаминов в сырье.

Навеску анализируемых продуктов в количестве 10 г заливают 200 см³ теплой (примерно 20 – 30 °С) дистиллированной водой и проводят экстракцию водорастворимых веществ (в том числе и витаминов) в течение 30 минут в конической колбе на 250 см³ с закрытой пробкой, путем периодического встряхивания через каждые 5 минут. Полученную вытяжку фильтруют через бумажный фильтр и оставляют для дальнейшего количественного определения витаминов на хроматографе.

Приготовление настоя (отвара) для определения витаминов в экстракте после термической обработки.

Навеску анализируемых продуктов в количестве 10 г заливают дистиллированной водой в количестве 200 см³, кипятят 10-15 минут, остужают в течение 45 минут при комнатной температуре и периодически перемешивают. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр, фильтрат оставляют для дальнейшего исследования.

Приготовление градуировочных растворов витаминов.

Исходные растворы определяемых витаминов готовят путем растворения взятой навески в дистиллированной воде концентрацией 1г/дм³ в мерных колбах на 1дм³.

Методика проведения эксперимента

Тепловая обработка продовольственного сырья всегда сопровождается частичным разрушением содержащихся в нем витаминов. Традиционные методы (метод нейтрализации, комплексонометрическое титрование, фотометрия) не дают ясной

картины кинетики деструкции витаминов в специфических условиях среды при обработке пищевой продукции. Значительно более наглядным методом исследования изменения витаминов в процессе варки является ВЭЖХ.

Условия выполнения измерений

1. Температура окружающего воздуха, °С (20± 5).
2. Относительная влажность воздуха, % (30-80).

Режим хроматографических измерений: неподвижная фаза – диасорб С16Т;

подвижная фаза - элюат состава: ацетонит – смесь 0,03 М КН₂РО₄ и 0,02 М диэтиламин, подкисленная фосфорной кислотой до рН = 3 в соотношении 9:91:0,5.

Колонка 120*2.

Длина волны спектрофотометра 230,290 нм.

Расход элюента 100 мкл/мин

Длина волны спектрофотометрического детектора 230 и 280 нм

Ориентировочные времена удерживания анализируемых растворов витаминов следующие:

Витамин В₁ – 2-3 мин.

Витамин В₂ – 1-2 мин.

Кислота аскорбиновая – 3-4 мин.

Кислота никотиновая – 8-9 мин.

Приготовление элюента

В качестве элюента используется смесь: ацетонитрил – 0,03 М – КН₂РО₄ – диэтиламин в соотношении 9:91:0,5 (по объему), раствор диэтиламина в 0,03 М КН₂РО₄ доводится до рН = 3 фосфорной кислотой.

Подготовка прибора к хроматографическому анализу и проведение испытаний.

Подготовку прибора начинают с промывки хроматографической системы прибора элюэтом. После установления равновесия нулевого сигнала детектора и снижения шума до минимума проводят анализ стандартного раствора и исследуемой пробы, которую вводят в хроматограф и регистрируют значения выходных сигналов. Затем вводят градуировочные (стандартные) растворы, регистрируют выходные сигналы.

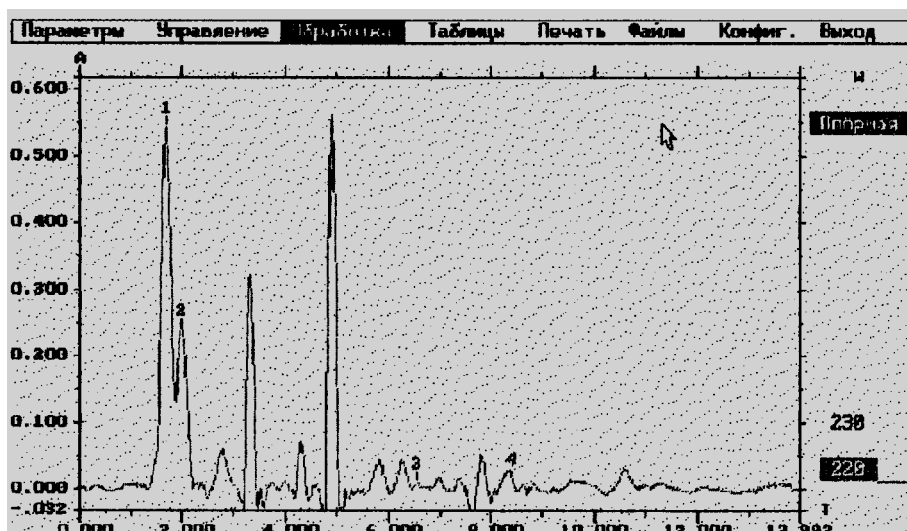


Рисунок 4- Хроматограмма экстракта свежего растительного сырья: пик 1 - содержание вит В₂, пик 2 - содержание вит В₁, пик 3 - содержание вит С, пик 4 – содержание вит РР.

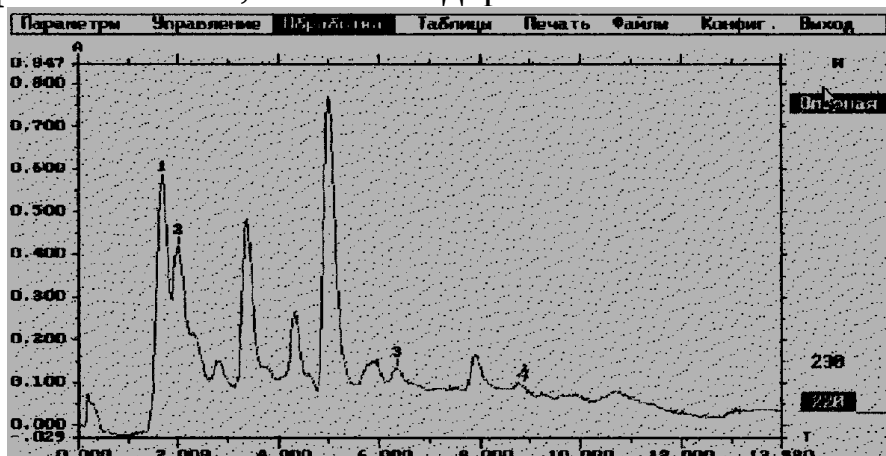


Рисунок 5 - Хроматограмма экстракта сырья после термической обработки

Задание. Определить деструкцию основных водорастворимых витаминов в отварах и настоях, приготовленных из растительного сырья

Содержание витаминов в пробе, введенной в хроматограф, рассчитывают, используя данные о высотах или площадях пиков. Содержание определяемого витамина в пробе, введенной в хроматограф, рассчитывают по формуле, мг/кг

$$C = K \cdot Y_{\text{пробы}},$$

где C – концентрация анализируемого витамина;

Y_{пробы} – значение выходного сигнала (высота или площадь пика)

K – значение градуировочного коэффициента.

По результатам эксперимента судят о степени разрушения витаминов при термической обработке пищевых продуктов.

Вопросы для контроля знаний.

1. Что такое жидкостная хроматография?
2. Принцип действия жидкостного хроматографа.
3. Устройство жидкостного хроматографа.
4. В чем заключается элюирование пробы?
5. Как правильно провести пробоподготовку для проведения эксперимента на хроматографе?
6. Как рассчитать концентрацию витаминов по результатам эксперимента?

РАБОТА № 3

ОЗНАКОМЛЕНИЕ С УСТРОЙСТВОМ И ПРИНЦИПОМ ДЕЙСТВИЯ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО СПЕКТРОФОТОМЕТРА ТИПА «САТУРН», ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ В ПРЕДЛОЖЕННЫХ ОБРАЗЦАХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Цель работы: изучить устройство и принцип действия атомно – абсорбционного спектрофотометра, освоить методику пробоподготовки и приготовления образцов для последующего проведения анализа.

Учебное время: 6 часа.

Материальное обеспечение

1. Сырье овощи, фрукты, консервированная плодоовощная и плодоягодная продукция.
2. Оборудование и материалы: атомно–абсорбционный спектрометр, укомплектованный горелкой для воздушно–ацетиленового пламени и источниками резистентного излучения кадмия; компрессор воздушный или сжатый воздух в баллонах,

ацетилен в баллонах; весы лабораторные, электропечь лабораторная, электроплита бытовая, тигли кварцевые, чашки Петри.

3. Реактивы: кислота азотная - раствор в бидистиллированной воде (1:1), кислота соляная раствор в бидистиллированной воде (1:1), кислота серная - раствор в бидистиллированной воде (1:9) по объёму, спирт этиловый ректификованный, аммиак водный 25%, изоамиловый эфир уксусной кислоты, кислота лимонная 20% - ный раствор в бидистиллированной воде, натрия N.N – дитиокарбомат 0,5% - ный в бидистиллированной воде, медь сернокислая 5 – водная, кадмий гранулированный, соль Мора.

4. Химическая посуда: цилиндры 10, 50, 100 мл, воронки лабораторные, фильтры обеззоленные.

Краткие теоретические сведения

Устройство и принцип действия пламенного атомно-абсорбционного спектрометра.

В атомно-абсорбционном методе спектрофотометрии различают пламенный и беспламенный варианты.

В первом варианте раствор исследуемых элементов вводится в пламя горелки и образует атомный пар. Для анализа металлов, в зависимости от их химических свойств, применяются различные сочетания газов. Во втором варианте используется метод «холодного» пара.

Пламя - это низкотемпературная плазма, в которой протекающие химические реакции поддерживают температурный баланс. В атомной спектроскопии обычно используют пламя горючих газов в смеси с окислителями.

На рис.8 изображена схема атомно-абсорбционного спектрометра (двухлучевая система).

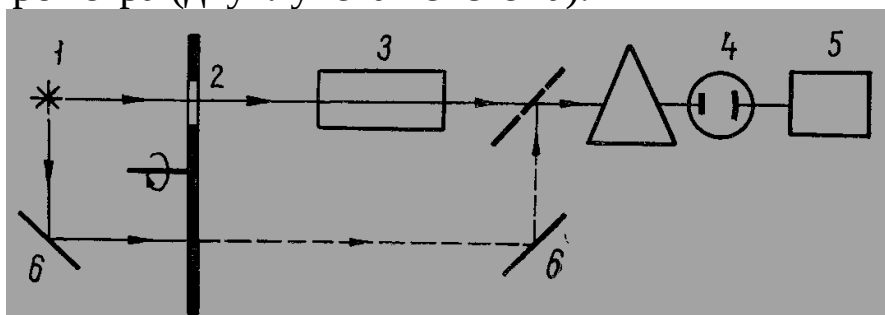


Рис.8 Схема двухлучевого атомно-абсорбционного спектрометра

спектрофотометра: 1 – источник света; 2 – диск прерывателя; 3 – пламя; 4 – фотоэлектрический приёмник света; 5 – электронная схема регистрации; 6 – зеркало

Анализируемый раствор вводится с помощью распылителя в пламя горелки в виде аэрозоля. Измеряется не излучение элемента в пламени, как при пламенной фотометрии, а поглощение атомами излучения от стандартного источника света. Для этого поглощающий слой паров просвечивают монохроматическим пучком света с длиной волны, соответствующей линии поглощения исследуемого элемента. В пламени проба образует атомные пары. Атомы определяемого элемента поглощают падающее излучение в отношении, прямо пропорциональном его концентрации.

В качестве источника света используются газоразрядные лампы низкого давления, которые дают достаточно тонкую резонансную линию определяемого элемента. Спектральная часть имеет призму и дифракционную решетку для селекции той длины волны, которая поглощается измеряемым элементом. Световой сигнал поступает на фотоумножитель, усиливается и подается на гальванометр.

Сигнал от спектрофотометра попадает на автоматическое считывающее устройство, которое выдает результат в единицах поглощения или оптической плотности на цифровой визуальный регистратор концентраций. Сигнал также может быть принят любым 10-милливольтным записывающим потенциометром.

Конструкция приборов различна, но большинство выпускаемых моделей работает с двойным лучом, когда свет от полого катода лампы пропускается как через пламя с образцом, так и по сравнительному пути, не соприкасаясь с образцом. Двухлучевая система сокращает до минимума влияние колебаний мощности лампы, чувствительности детектора фотоумножителя, оптической и электронной систем. Для работы на таких приборах можно использовать различные источники света.

Влияние токсичных элементов (кадмия) на организм человека.

Кадмий представляет собой один из самых опасных токсикантов внешней среды. В природной среде кадмий встречается в очень малых количествах, поэтому его отравляющее действие было выявлено недавно, в последние 30 – 40 лет. Кадмий опасен в любой

форме – принятая внутрь доза 30 – 40 мг уже может оказаться смертельной. Поэтому даже потребление напитков из пластмассовой тары, материал которой содержит кадмий, является чрезвычайно опасным. Поглощённое количество кадмия из организма выводится медленно (0,1% в сутки), поэтому легко может происходить хроническое отравление. В организме кадмий, прежде всего, накапливается в почках и после достижения пороговой концентрации – около 0,2 мг кадмия на 1 г массы почек – появляются симптомы тяжёлого отравления и почти неизлечимого заболевания.

Больше всего кадмия человек получает с растительной пищей. Эксперты ФАО полагают, что взрослый человек получает его 30 – 150 мг в сутки. Всемирная организация здравоохранения считает максимально допустимой величину поступления кадмия для взрослых людей 500 мкг в неделю, т.е 1 мкг/кг массы тела. В связи с этим содержание кадмия в пищевых продуктах постоянно контролируется.

Приготовление растворов для анализа.

Пробы пищевых продуктов подвергают озолению мокрым или сухим способом и растворению золы в водных растворах кислот с последующим разбавлением или концентрированием.

Приготовление испытуемого раствора. В чашку (тигель, колбу, стакан) с озоленной пробой добавляют азотную (1:1) кислоту из расчета 1—5 см³ на навеску в зависимости от зольности продукта и нагревают на водяной бане или электроплитке с асбестом до растворения золы. Раствор выпаривают до влажных солей, растворяют в 15—20 см³ 1%-ной азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки той же кислотой.

Если зола растворилась не полностью, раствор с осадком упаривают до влажных солей, перерастворяют в минимальном объеме соляной кислоты (1:1), еще раз упаривают до влажных солей и растворяют в 15— 20 см³ 1%-ной соляной кислоты. Раствор количественно переносят в колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки той же кислотой. Если зола и в этом случае растворилась не полностью, раствор с осадком доводят до объема 30—40 см³ 1%-ной соляной кислотой и подогревают на водяной бане или электроплитке при слабом нагреве в течение 0.5 ч. Если осадок опять не

растворился, раствор отфильтровывают через промытый растворителем фильтр, осадок отбрасывают, а фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки той же кислотой.

Полученные растворы используют для непосредственного определения содержания токсичных элементов. В некоторых случаях может потребоваться разбавление или концентрирование исходных растворов.

Градуировочный раствор для определения кадмия готовят по ГОСТ 26933, так же готовят все необходимые растворы для калибровки прибора.

Распыляя в пламя нулевой раствор (при использовании концентрирования — его экстракт), устанавливают показания прибора на нуль. Затем в порядке возрастания концентрации измеряют абсорбцию градуировочных растворов (или их экстрактов). В конце градуировки отмечают положение нулевой линии при распылении нулевого раствора. Измеряют абсорбцию небольшого числа (5—10) испытуемых и контрольных (холостых) растворов, промывая после каждого измерения систему распылителя и горелки дистиллированной водой или нулевым раствором (для экстрактов — эфиром) до возвращения сигнала к показаниям, близким к нулю. Повторяют измерение абсорбции нулевого раствора и одного из градуировочных растворов, наиболее близкого по концентрации к испытуемым растворам. Если при этом не отмечается заметного смещения нулевой линии и измерения абсорбции градуировочного раствора, продолжают измерения абсорбции испытуемых растворов, периодически контролируя положение нуля и чувствительность. Заканчивают измерения полной градуировкой.

При прямом определении в испытуемых растворах кадмия обязательно проводят коррекцию фонового поглощения. Измерение абсорбции каждого раствора проводится не менее двух раз.

Если в процессе измерений отмечается смещение нулевой линии или изменение чувствительности, каждая малая серия испытуемых растворов измеряется дважды в прямом и обратном порядке, начинаясь и заканчиваясь полной градуировкой. Объем малых серий определяется скоростью дрейфа: число растворов в серии должно быть таким, чтобы изменение абсорбции градуировочных растворов в

последовательных градуировках не превышало 5% отн. Если смещение нулевой линии не корректируется автоматическими устройствами, оно должно учитываться путем введения поправок к сигналам поглощения проб и градуировочных растворов. Дрейф нуля внутри одной малой серии измерений считается линейным.

Определение предела обнаружения проводится после окончания измерений абсорбции полной серии испытуемых растворов. Для этого проводится 20-кратное измерение абсорбции градуировочного раствора с наименьшей концентрацией или любого испытуемого раствора, или смеси остатков растворов с низкой концентрацией элемента. В зависимости от наличия дрейфа измерения проводятся по той же методике, что и для испытуемых растворов.

Задание. Определить количественное содержание кадмия в предложенных образцах пищевых продуктов и сделать заключение о соответствии значений подсчитанных концентраций ПДК.

При наличии в приборе компьютерной системы расчета концентрации по величине абсорбции используют рекомендованные в технической инструкции прибора компьютерные программы. При ручной обработке данных строят график зависимости абсорбции от концентрации элемента в градуировочных растворах. Допускается применять линейную, кусочно-линейную или сглаженную нелинейную аппроксимацию градуировочных функций. При построении графика для каждой малой серии измерений используют среднеарифметические значения абсорбции градуировочных растворов, полученные до и после измерений абсорбции испытуемых растворов и исправленные на величину смещения нулевой линии. По графику определяют концентрацию элемента в испытуемых и контрольных (холостых) растворах. Значения концентрации, более низкие, чем достигнутый предел обнаружения $3S_n$, считаются равными нулю. В дальнейших расчетах используют средние арифметические параллельных измерений.

Массовую долю элемента в пробе (m), млн⁻¹ (что соответствует мг/кг), рассчитывают по формуле:

$$m = VK(C_x - C_k) / P,$$

где: C_x — концентрация элемента в испытуемом растворе, мкг/см³;

C_k — среднеарифметическая концентрация элемента для параллельных контрольных (холостых) растворов, мкг/см³;

V — исходный объем испытуемого раствора, см³;

P — навеска пробы, г;

K — коэффициент разбавления.

Если разность ($C_x - C_k$) оказывается меньше предела обнаружения $3S_n$, то дается односторонняя оценка максимально возможного содержания элемента в продукте в млн⁻¹:

$$m < 3VK S_n / P \sqrt{\alpha},$$

где n — число параллельных измерений абсорбции испытуемого раствора.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

На рис.9 изображён график, полученный при определении концентрации кадмия атомно – абсорбционным способом на атомном спектрометре марки «Сатурн», полученный при исследовании предложенных образцов пищевых продуктов.

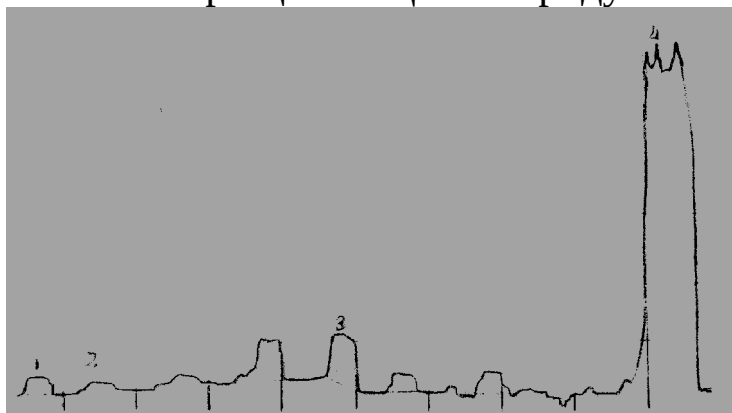


Рис.9 Атомно–абсорбционные сигналы при определении содержания кадмия в напитках, фасованных в полимерную тару (пик 1,2; проба; пик 3,4 проба с добавкой).

По результатам эксперимента делают вывод о количественном содержании кадмия в предложенных образцах пищевых продуктов и о соответствии значений подсчитанных концентраций ПДК.

Вопросы для контроля знаний.

1. Какие виды атомной абсорбции существуют?
2. В чём их отличие?

3. Из каких составных частей состоит атомно–абсорбционный анализатор?

4. Как провести пробоподготовку растворов для проведения анализа?

5. Как рассчитать концентрацию кадмия по полученным результатам?

6. Чем вреден кадмий? Почему его содержание необходимо контролировать в пищевых продуктах?

РАБОТА № 4

ИЗУЧЕНИЕ ПРИНЦИПА РАБОТЫ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗАТОРА КАЧЕСТВА СРЕД КС МК “ЛУЧ”. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ НАТРИЯ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ ИОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы: изучить устройство и принцип действия экспресс-анализатора, определить массовую долю ионов Na^+ в исследуемых образцах пищевых продуктах.

Учебное время: 2 часа.

Материальное обеспечение

1. Сырье: 2 пакета супа, 2 пакета каши.
2. Оборудование и материалы: анализатор качества сред МК КС “Луч”, весы аналитические, водяная баня, плитка электрическая, термометр ртутный с диапазоном измерения от 0 до 100 °С, весы лабораторные, разновесы.
3. Реактивы: раствор NaCl с концентрацией 1 моль/дм³, вода дистиллированная или NaCl кристалл.

Краткие теоретические сведения

Ионометрия – наиболее информационный и достаточно простой метод определения содержания многих катионов и анионов в пищевых продуктах. Иономеры универсальные предназначены для

определения количественного содержания и активности одно-, двухвалентных катионов и анионов (Px) в водных растворах. Эти приборы просты в обращении и состоят из измерительного преобразователя (иономера), набора ионселективных электродов, позволяющих избирательно определять концентрацию или активность ионов в присутствии других ионов, и хлорсеребряного электрода.

Ионселективные электроды отличаются высокой чувствительностью. Их применяют для экспрессных определений, а также для непрерывного автоматического химико-аналитического контроля за производством. В настоящее время ионометрия (отрасль аналитической техники), основанная на потенциометрическом анализе с использованием селективных электродов, достигла высокой степени развития, став одним из важнейших методов экспресс-анализа водных и газовых сред.

Потенциометрический анализ основан на измерении потенциала электрода, погруженного в анализируемый раствор, то есть на определении концентрации иона по величине ЭДС гальванического элемента. Гальванический элемент состоит из двух электродов, и ЭДС его представляет собой разность потенциалов двух электродов.

Для потенциометрического анализа используют гальванические элементы, состоящие из индикаторного электрода и электрода сравнения. Потенциал индикаторного электрода зависит от концентрации определяемого иона в растворе, а потенциал электрода сравнения не чувствителен к концентрации этого иона. Поэтому ЭДС гальванического элемента зависит от концентрации определяемого (потенциалоопределяющего) иона в растворе.

Разработаны ионселективные электроды на следующие элементы:

Ca^{2+} ; K^{+} ; Na^{+} ; Cu^{2+} ; NO_3^{-} ; J^{-} ; Br^{-} ; F^{-} ; CN^{-} ; NH_4^{+} и т.д.

Известны электроды, определяющие редуцирующие сахара, ферментные электроды.

Задание. Определить массовую долю ионов Na^{+} в исследуемых образцах пищевых продуктах.

Анализатор является портативным с сетевым и автономным питанием и может использоваться как в лабораториях молочных и

пищевых предприятий, так и непосредственно в технологических процессах (у технологического оборудования, на предприятиях агропромышленного комплекса и других отраслей промышленности и в области охраны окружающей природной среды). Прибор предназначен для измерения активности ионов водорода (величины рН), одновалентных и двухвалентных анионов и катионов (величины рХ) и температуры водных растворов неорганических и органических соединений и технологических сред.

Устройство и принцип действия прибора.

В основу работы анализатора положен ионометрический метод измерения активности ионов в молоке, молочных и других пищевых продуктах. Для измерения активности ионов рН (рХ в растворах используется электродная система, состоящая из ионоселективного измерительного электрода, электрода сравнения и датчика температуры.

Анализатор представляет собой комплект прибора, включающий преобразователь с сетевым адаптером и набор датчиков для измерения рН, рNa, рNH₄, рCl, рСа и температуры.

Конструктивно преобразователь выполнен в виде моноблока, форма представления информации на индикаторе преобразователя - алфавитно-цифровая. Отображение результатов измерений и вычислений происходит на жидкокристаллическом индикаторе. На лицевой панели преобразователя расположены индикатор и клавиатура.

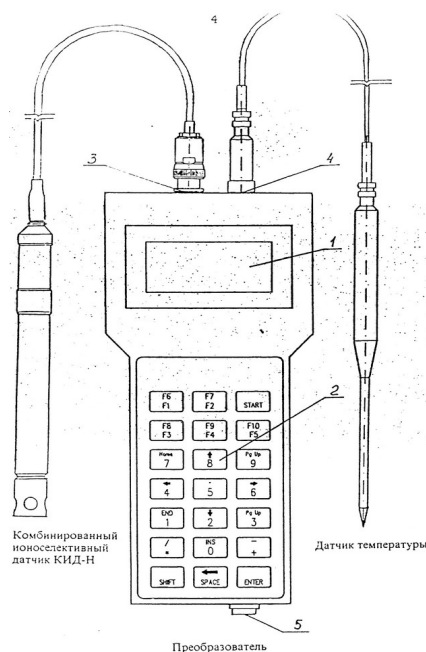


Рис.14 Внешний вид прибора

Пробы пищевого сырья и продуктов отбирают в соответствии с нормативными документами на данный вид продукции. Навеску средней пробы 20 г отвешивают в стаканчике с точностью до 0,01 г, затем переносят без потерь в коническую колбу на 250 см³, споласкивая несколько раз стаканчик горячей дистиллированной водой (80°С) так, чтобы объем влитой воды составил 100- 150 см³, хорошо встряхивают и охлаждают (примерно 30 минут) при периодическом перемешивании до комнатной температуры, дополняют дистиллированной водой до объема внесенной воды 250 см³, хорошо перемешивают. Содержимое колбы фильтруют через сухой складчатый фильтр или вату в сухой стакан или колбу. Для анализа берут 50 см³ профильтрованной вытяжки.

Нажатием клавиши “START” включают прибор, клавишей F7 выбирают тип иона (Na⁺), нажатием клавиши “ENTER” вводят его, нажимают клавишу F1. Клавишами перемещения выбирают режим “буфер”, клавишей “ENTER” его вводят. С цифровой клавиатуры набирают значение рХ (р Na⁺) первого контрольного раствора 0,01 М раствора NaCl и вводят его в память кнопкой “ENTER”, затем вводят второй 0,1 М раствор NaCl. Клавишей F1, клавишами перемещения выбирают режим “Термокомпенсация” и нажимают ввод “ENTER”. Клавишами перемещения выбирают тип термокомпенсации и нажимают “ENTER”. Клавишами перемещения находят режим “Калибровка” и нажимают “ENTER”.

Вынимают датчик из 0,1 М раствора NaCl, осушают фильтровальной бумагой и погружают в стандартный 0,01 М раствор NaCl, спустя 1-2 минуты нажать клавишу “ENTER” и ввести в память первую точку. Промывают датчик дистиллированной водой, осушают и помещают в раствор №1 (0,1 М раствор NaCl), после установки показаний нажатием клавиши “ENTER” вводят вторую точку. После настройки прибора приступают к измерению показаний в растворах №1,2,3. Если значения рNa соответственно (1,12 ±0,03); (1,39 ±0,03), (2,04 ±0,03) настройку считают законченной. В случае несоответствия рNa растворов необходимым величинам производят их замену и настройку повторяют.

В стеклянный стаканчик вместимостью 50 мл наливают 30 мл вытяжки, заранее приготовленной, помещают в него датчик,

предварительно ополоснутый дистиллированной водой и осушенный фильтрованной бумагой, и датчик температуры, нажимают F1, выбирают режим термокомпенсации и нажимают “ENTER”. Через 2-3 минуты фиксируют показания анализатора.

Датчик вынимают из анализируемой пробы, промывают дистиллированной водой и высушивают фильтрованной бумагой. Затем анализ повторяют не менее двух раз.

Определение массовой концентрации ионов натрия в экстракте \bar{C}_{Na} , (мг/100 см³) определяют по формуле:

$$(C_{Na})_i = M * 100 * 10^{-(pNa)_i},$$

где, $(C_{Na})_i$ – массовая концентрация ионов натрия для каждого параллельного измерения, $(i = 2)$, мг/100 см³;

$(pNa)_i$ – результаты измерения показателя активности;

M – молекулярная масса Na(=23)4 коэффициент пересчета молярной концентрации в мг/100 см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

Можно определить концентрацию ионов Na с помощью прилагаемой таблицы.

Таблица 6 - Величины значений концентрации ионов натрия

Величина pNa, ед.	C _{Na} , мг %	Величина pNa, ед.	C _{Na} , мг %

Данные приводятся в паспорте к прибору.

Заключение.

По результатам экспериментов делают заключение о соответствии с данными ГОСТа исследуемой продукции по определяемому показателю (содержание соли).

Вопросы для контроля знаний.

II. Что такое ионометрия?

III. Что из себя представляют приборы ионометры универсальные?

1. Что такое ионселективные электроды?
2. На чем основан ионометрический метод определения катионов и анионов?

3. Из чего состоит экспресс-анализатор “Луч”?
4. Как определить массовую долю концентрации ионов Na^+ в пищевых продуктах?
5. Что из себя представляет потенциометрический анализ?

СПИСОК РЕКОМЕНДАТЕЛЬНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Габайдулин А.Г., Ильина Е.М., Рыжов В.В. Охрана окружающей среды от ртутного загрязнения.- Казань.: Магариф, 1999.-95с.
2. Гигиенические требования к качеству и продовольствию сырья и пищевых продуктов. Санитарные правила и нормы /Сан – ПиН 2.3.2. 560 – 96.- М., 1997.- 266с.
3. Донченко Л.В. Безопасность пищевой продукции.- М.:Пищепромиздат.- 2001.- 528с.
4. Ермаченко Л.Н. Атомно – абсорбционный анализ в санитарно - гигиенических исследованиях. /Под ред. к.м.н. Подуновой Л.Г. М.: ООО Медицинское информационное агенство, 1997.- 207с.
5. Житникова В.С., Седов Ю.А., Сычев С.Н. Изучение кинетики деструкции аскорбиновой кислоты и рибофлавина методом ВЭЖХ. //Сборник «Качество жизни населения, деловая активность и конкурентоспособность российских предприятий».- Орел.: ОрелГТУ, 1998.- 196с.
6. Ильин Л.А., Кирилов В.Ф., Коренев И.П. Радиационная безопасность и защита.- М.: Медицина, 1996.- 207с.
7. Климова Н.В., Загурский И.Н. Методические указания к лабораторным работам по курсу физико–химические методы анализа Орел.: 1995.-42с.
8. Лебухов В.И., Окара А.И., Павлюченкова Л.П. Физико - химические свойства и методы контроля качества потребительских товаров.- Хабаровск, 1999.-250с.
9. Методические указания к математической обработке результатов товароведных исследований по дисциплине «Теоретические основы товароведения»/Сост. А.Н Неверов.- М.: Изд –во экон. акад., 2000.-36с.
10. Методические рекомендации по выполнению измерений концентрации доли йода в пищевых продуктах и сырье методами прямой переменного-токовой полярографии и инверсионной переменного – токовой вольтамперометрии на вольтамперометрическом анализаторе «Экотест ВА».- М.:Минздрав России.- 2000.-21с

11. Николаева М.А., Лачников Д.С., Невров А.А. Идентификация и фальсификация пищевых продуктов.- М.: Экономика, 1996.- 110с.

12. Руководство по методам анализа и безопасности пищевых продуктов //Под ред. И.М. Скурихина, В.А. Тутельяна.- М.: Брандес, Медицина, 1998.- 342с.

13. Щелкунов Л.Ф., Дудкин М.С., Корзун В.А. Пища и экология.- Одесса, 2000.- 514с