

3. Jan, J. Polychlorinated biphenyl residues in foods from a Contaminants region of Yugoslavia/ J. Jan, M. Adamic // Food Additives and Contaminants.- 1991.-V.8, N 4.-P.505 - 512.
4. Newsome, W.H., Residues of polychlorinated biphenyls (PCB) in fatty foods of the Canadian diet / W.H Newsome, D.J. Davies, W.F. Sun // Food Additives and Contaminants.- 1998.- V.15, N 1.- P.19 - 29.
5. Joris, C.R., Mercury and polychlorinated biphenyls in suspended particulate matter from the European Arctic seas / C.R. Joris, N.L. Moatemri, L. Holsbeek // Bull. Environ. Contam. Toxicol. - 1995. -V.55.- P.893 - 900.
6. Salama, A.A. Polychlorinated biphenyl concentration in raw and cooked north atlantic bluefish (*Pomatomus saltatrix*) filets/ A.A. Salama [et al.] / J. Agric. Food Chem.-1998. - V.46, №4. - P. 1359 - 1362.
7. Peice, H.A. Modified multiresidue method for chlordane, toxaphene and polychlorinated biphenyls in fish/ H.A. Peice [et al.] // Bull. Environ. Contam. Toxicol. - 1986. - V.37. - P. 1 - 9.
8. Crido, M.R. Application of matrix solid-phase dispersion of polychlorinated biphenyls in fat by gas chromatography with electron-capture and mass spectrometric detection / M.R.Crido [et al.]// J.of Chromatogr.-2004. V.1056 A.- P.187-194
9. Tirpenon, A.E. Residues of organohalogen compounds in various dolphin tissues/ A.E. Tirpenon, A.D.Tsigouri, E.H. Gouta // Bull. Environ. Contam. Toxicol.- 1998. - V.60. - P. 216 - 224.
10. Liem, A.K.D., Dioxins: Chemical analysis, exposure and risk assessment/ A.K.D. Liem, R.M.C. Theelen. // Deventer.- 1997.- P. 373.
11. Kumar, K.S. Polychlorinated dibenzo-p-dioxins, dibenzo-furans and polychlorinated biphenyls in human tissues, meat, fish and wildlife samples from India/ K.S Kumar [et al.] // Environ. Sci. Technol. - 2001. - V.35. - P. 3448 - 3445.
12. Ramos, L. Determination of polychlorinated biphenyls in soybean infant formulas by gas chromatography/ L. Ramos [et al.] // J. Chromatogr. - 1998. - V. 823. - P.365 - 372.

УДК 543.554.6

РАЗРАБОТКА ЭКСПРЕСС-МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКРОЭЛЕМЕНТОВ В ПЛОДООВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

Т.М. Шачек

*УО «Белорусский государственный технологический университет»
г. Минск, Беларусь*

Минеральные вещества, как и витамины, не обладают энергетической ценностью, но являются необходимыми компонентами питания человека, так как в виде комплексных соединений с различными органическими субстратами участвуют в сложных физиологических процессах. Как структурные элементы они обеспечивают построение опорных тканей скелета, поддержание кислотно-щелочного равновесия в организме, нормальное течения процессов обмена веществ и энергии, в том числе водно-солевого обмена. Общеизвестна роль минеральных веществ в деятельности эндокринных желез.

В зависимости от количественного содержания в организме человека и продуктах питания минеральные вещества подразделяются на макроэлементы (Ca, P, K, S, Cl, Na, Mg) и микроэлементы (Fe, Zn, Cu, I, F, Se).

Основными поставщиками минеральных веществ являются плоды и овощи, а также продукты их переработки. Это объясняется значительно большим общим количеством их потребления, легкоусвояемой формой для организма, а также содержанием в плодоовощной продукции ряда микроэлементов, редко встречающихся в других продуктах [1, 2].

Для обеспечения постоянного и сбалансированного поступления минеральных веществ, как в количественном, так и качественном отношении, в Республике Беларусь осуществляется мониторинг данных нутриентов в продуктах питания, в том числе и растительного

происхождения. Так при подтверждении соответствия плодоовощных консервированных продуктов для детского питания проводятся испытания по определению содержания в них макроэлементов Na и K, нормативы содержания которых установлены в Гигиенических требованиях к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов [3]. Кроме того, количественное содержание Na и K является одним из критериев оценки натуральности соков и используется при контроле их фальсификации [4].

Анализ данных литературы показал, что в настоящее время наиболее распространенными методами анализа данных макроэлементов в плодоовощной продукции являются атомно-абсорбционная [5, 6] и атомно-эмиссионная спектроскопии [2, 7]. Основными достоинствами этих методов является высокая чувствительность, универсальность, низкие пределы обнаружения, возможность проанализировать до пятисот проб в час. Однако высокая стоимость оборудования, необходимость высокой квалификации у персонала, а также сложность и длительность подготовки проб продукции для испытаний ограничивает применение данных методов в рамках производственного контроля.

В последнее время значительные успехи в области физико-химических исследований состава различных веществ имеет ионометрия, которая основана на избирательных методах контроля состава продукта с помощью потенциометрических ионоселективных экспертных систем. Такие экспертные системы нашли широкое применение в пищевой промышленности при контроле готовой продукции (молоко, кисломолочные продукты, соки, пиво, вина, безалкогольные напитки) и процессов их производства [8–12], а также в медицине и биологии [13–16]. Доступность и специфичность метода позволяет определять концентрации некоторых отдельных ионов в присутствии многих других, что особенно актуально при анализе таких многокомпонентных систем, как пищевые продукты.

Промышленный выпуск ионоселективных электродов разных типов осуществляется такими зарубежными компаниями как «Бекман», «Орион», «Филипс» и др. В Республике Беларусь ряд ионоселективных электродов выпускают НТПК «Анализ-Х» и РУП «Гомельский завод измерительных приборов».

Появление большого числа новых электродов значительно расширило инструментальную базу ионометрического метода. В связи с этим развитие практической ионометрии на современном этапе требует не только расширения теоретических исследований в данной области, но и разработки метрологических основ данного метода.

Целью данной работы была разработка методик ионометрического определения макроэлементов Na и K в плодоовощной продукции с использованием натрий- и калий-селективных пленочных электродов отечественного производства.

Используемый в рамках данной работы метод ионометрии основан на измерении *э.д.с.*, возникающей между ионоселективным мембранным электродом и хлорсеребряным электродом сравнения погруженными в анализируемый раствор, который приготовлен путем разбавления навески исследуемого продукта буферным раствором, с последующим определением концентрации ионов одним из методов: калибровочного графика или стандартных добавок.

В качестве объектов исследования были выбраны консервированные продукты для детского питания, изготовленные на основе плодоовощного сырья. Выбор данной группы продукции был обусловлен наличием законодательно установленных нормативов содержания в ней макроэлементов Na и K [3].

В состав измерительных систем, используемых для определения концентрации ионов Na и K, входили натрий- и калий-селективные электроды (таблица), а также хлорсеребряный электрод сравнения ЭВЛ-1МЗ.1.

Технические характеристики натрий- и калий-селективных электродов

Технические характеристики	Требования ТНПА	
	ЭИП-К ⁺ -01	ЭИП-Na ⁺ -01
Диапазон линейности электродной характеристики, моль/дм ³	1·10 ⁻¹ –5·10 ⁻⁵	
Наклон электродной характеристики, мВ/рС	56±3	
Допустимое отклонение электродной характеристики от линейности, мВ	±4	
Нижний предел обнаружения, моль/дм ³ , не более	3·10 ⁻⁵	
Коэффициенты селективности, не более	2·10 ⁻³ к Na ⁺	5·10 ⁻² к K ⁺
	3·10 ⁻² к NH ₄ ⁺	5·10 ⁻³ к Li ⁺

Электродный потенциал измерительных систем определяли с помощью иономера лабораторного И-160 М.

При проведении экспериментальных исследований по подбору оптимальных условий проведения измерений нами были решены следующие задачи:

- определен тип и количество добавляемого буферного электролита;
- выбрана методика определения концентрации;
- установлен рабочий диапазон концентраций.

Основное предназначение буферного раствора заключается в поддержании постоянной активности, как ионов водорода, так и других частиц. Определяющую роль при выборе буферного раствора играют ионный состав и рН анализируемой смеси. Так как используемые нами в работе электроды имели стандартный потенциал в широком диапазоне рН (1,0–9,5), то достаточно было осуществлять буферирование ионной силы раствора. Выбор буферного электролита (NaCl – 10⁻¹ М и 10⁻² М; CH₃COOH – 2·10⁻¹ М, 2·10⁻¹ М и 5·10⁻¹ М; Ca(OH)₂) осуществляли исходя из точности и воспроизводимости результатов полученных при определении ионов Na⁺ и K⁺ в стандартных образцах. Стандартные образцы представляли собой пробы продукции с известным содержанием Na и K, установленное с помощью аттестованной методики [17].

Кроме того, для всех указанных выше буферных растворов, было изучено влияние рН анализируемой среды на линейность электродной характеристики и ее наклон.

Измерение концентрации ионов Na⁺ и K⁺ в анализируемых пробах плодоовощной продукции осуществляли параллельно двумя методами: калибровочного графика и стандартных добавок [13].

Определение диапазона измеряемых концентраций осуществляли исходя из установленных в [3] нормативов содержания Na (не более 200 мг/100г) и K (50–300 мг/100г) в консервированных продуктах для детского питания и в соответствии с требованиями МИ 2336-95 [18].

Таким образом, в ходе предварительных исследований нами были установлены оптимальные условия измерения концентрации ионов Na и K в плодоовощной продукции при использовании пленочных ионоселективных электродов ЭИП-Na⁺-01 и ЭИП-K⁺-01.

Далее нами были проведены экспериментальные исследования по определению Na и K в рабочих пробах консервированных продуктов для детского питания различных видов:

- соки без мякоти - яблочный и морковно-апельсиновый;
- соки с мякотью - яблочно-тропический и яблочно-персиковый;
- пюре яблочное.

Всего было исследовано 72 образца продукции и проведено 750 измерений концентрации ионов Na и K.

На заключительном этапе работ были проведены расчеты по определению погрешности, включая случайную и систематическую составляющие, а также нормативы и показатели

точности (сходимость, воспроизводимость и правильность) разработанных методик. В настоящее время осуществляется оформление МВИ в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010 [19].

Таким образом, в ходе выполнения теоретических и экспериментальных исследований в рамках данной работы были разработаны методики экспрессного определения ионов Na^+ и K^+ в плодоовощных продуктах. Сущность методов заключается в разбавлении анализируемой пробы буферным раствором и последующем определении концентрации определяемых ионов с помощью соответствующего мембранного ионоселективного электрода.

После метрологической аттестации данные методики смогут найти широкое применение в практике работы как производственных, так и научно-исследовательских лабораторий при определении минерального состава различных видов плодоовощной продукции, в том числе и продуктов детского питания.

Литература:

1. Метлицкий Л.В. Основы биохимии плодов и овощей. – М.: Экономика, 1976. – 349 с.
2. Пищевая химия / Под ред. А.П. Нечаева. – СПб.: ГИОРД. – 2001. – 575 с.
3. Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов. Санитарные правила и нормы СанПиН 11 63 РБ 98. – Взамен Медико-биологических требований и санитарных норм качества продовольственного сырья и пищевых продуктов, утвержденных МЗ СССР от 01.08.89; введ. 01.08.99. – Мн.: Госстандарт РБ, 2000. – 220 с.
4. Позняковский В.М. Гигиенические основы питания: безопасность и экспертиза продовольственных товаров. – Новосибирск: Сиб. университетское изд-во, 2002. – 556 с.
5. СТБ ГОСТ Р 51429-2006. Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания натрия, калия, кальция и магния с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии. – Введ. 11.02.2007. – Мн.: ИПК Изд-во стандартов, 1999. – 9 с.
6. Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов / Под ред. И.М. Скурихина, В.А. Тутельяна. – М.: «Медицина», 1998. – 341 с.
7. Определение следов элементов в овощах и изготовленных из них продуктах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индукционной плазмой / Borkowska-Burneska J., Miazga W., Zyrnicki W. // ICP Inp. Newslett. – 1997. – 23. - №6. – С. 451.
8. Гуськова В.П., Сизова Л.С. Использование ионометрии для создания системы контроля и управления процессами технологии пищевых продуктов/ Тезисы международного симпозиума «Федеральные и региональные аспекты государственной политики в области здорового питания», Кемерово, 2002 г. – Кемерово: Издательство Кемеровского технологического института пищевой промышленности, 2002. – С. 251-252
9. Ионометрическое определение калия в молоке и молочных продуктах / В.П. Гуськова, Л.С. Сизова // Журнал аналитической химии. – 1989. – Т. 44, №9. – С. 1692–1694.
10. Определение калия в виноделии с помощью ионоселективного электрода / Т.Л. Парфентьева, Я.И. Турьян, С.А. Овчинникова // Изв. вузов. Пищевая технология. – 1982. - №6. – С. 108–111.
11. ГОСТ 23268.6-78. Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов натрия. – Введ. 01.01.79. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1978. – 13 с.
12. ГОСТ 23268.7-78. Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов калия. – Введ. 01.01.79. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1978. – 11 с.
13. Справочное руководство по применению ионоселективных электродов: Пер. с англ. – М.: Мир, 1986. – 213 с.
14. Корыта И., Штулик К. Ионоселективные электроды: Пер. с чешск. – М.: Мир, 1989. – 272 с.

15. Никольский Б.П., Матерова Е.А., Грекович А.Л. Современное состояние метода ионометрии и проблемы ионоселективных электродов // Журнал аналитической химии. – 1975. – Том XXX. – Вып. 11. – С. 2223–2239.

16. Ion sensors: current limits and new trends / E. Bakker, D. Diamond, A. Lewenstam, E. Pretsch // Analytica Chimica Acta. - 1999. – № 393. – P. 11–18.

17. Лилишенцева А.Н., Александровская Е.С. Методика определения К, Na и P в плодовоовощных консервах для детского питания на основе кислотного экстрагирования // Сборник материалов Международной научно-практической конференции «Плодовоовощные консервы – технология, оборудование, качество и безопасность», посвящ. 75-летию ВНИИКОП, Москва-Видное, 27-28 октября 2004 г. - Т. 2. –М.: ВНИИКОП, 2004. – С. 391–394.

18. МИ 2336-2002. Показатели точности, правильности, прецензионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. – Введ. 01.03.1999. –М.: Издательство стандартов, 1998. – 38 с.

19. ГОСТ 8.010–99. Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений. Основные положения. – Взамен ГОСТ 8.010 – 95; введ. 01.06.2001. –М.: Издательство стандартов, 1999. – 23 с.

УДК 663.8

РАСЧЕТ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ L-ЯБЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ В КОНЦЕНТРИРОВАННОМ СОКЕ

Е.С.Александровская, А.Н.Лилишенцева, кандидат технических наук

*РУП «Научно-практический центр НАН Беларуси по продовольствию»
г. Минск, Беларусь*

Гармонизация отечественных и международных требований к оценке качества результатов измерений - необходимый этап на пути интегрирования нашей страны в мировой рынок. В 2002 году в Республике Беларусь введен в действие национальный стандарт СТБ ИСО/МЭК 17025-2002, предъявляющий к аккредитованным испытательным лабораториям обязательное требование – представлять количественные результаты измерений с учетом расчетного значения неопределенности [1]. Неопределенность измерения - это «параметр, связанный с результатом измерения и характеризующий разброс значений, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине» [2]. Неопределенность измерения, таким образом, является количественной мерой точности соответствующего результата измерения, и выражает степень доверия, с которой может допускаться, что значение измеренной величины в условиях измерения лежит внутри определенного интервала значений.

В настоящей работе оценивалась неопределенность результатов определения массовой концентрации L-яблочной кислоты в концентрированном соке. Метод измерения основан на ферментативном преобразовании L-яблочной кислоты в оксалоацетат под действием НАД (β -никотинамидадениндинуклеотид) в присутствии L-МДГ (L-малатдегидрогиназа), смещении равновесия реакции путем связывания образовавшегося оксалоацетата L-глутаматом в присутствии ГОТ (глутаматоксалоацетаттрансаминаза) и спектрофотометрическом измерении массовой концентрации образовавшегося НАДН (β -никотинамидадениндинуклеотид, восстановленная форма), эквивалентной массовой концентрации L-яблочной кислоты в пробе. Измерения проводили с использованием наборов реактивов для определения L-яблочной кислоты производства фирмы «R-biopharm» (Германия), на спектрофотометре СФ-56

Расчет неопределенности измерения массовой концентрации L-яблочной кислоты в концентрированном фруктовом соке представили в виде следующих этапов: