

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТ-ИОНОВ В КОЛБАСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ И ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА МОЛОКА

Л.С. Егорова, Е.А. Лейтес, К.В. Греку, Е.Ю. Евдокимова

В работе представлен тест-метод определения нитрит-ионов, в основе которого лежит реакция Грисса – диазотирования и азосочетания с образованием азокрасителя, адаптированный для анализа пищевых продуктов, в частности колбасных изделий, путем замены носителя. Выбор методики обусловлен следующими причинами: доступность используемых реактивов, отсутствие сложной, дорогостоящей аппаратуры, простота выполнения, экспрессность. Учтены требования к аналитическим реагентам: контрастность цветовой шкалы, высокая скорость взаимодействия с определяемым компонентом. Изготовлены индикаторные трубки и создана стандартная цветовая шкала для быстрого определения содержания нитрит-ионов. Тест-метод апробирован на содержание нитрит-ионов в колбасных изделиях. Диапазон определяемых содержаний нитрит-ионов составляют 0,05–0,28 мкг/мл, время определения 15–20 минут.

Для определения показателей качества молока использованы химические и физико-химические методы анализа. Определены титруемая кислотность, буферная ёмкость, массовая доля лактозы и кальция – титриметрическими методами анализа. Гравиметрическим методом установлено содержание сухих веществ и воды. Активная кислотность (рН) определена потенциометрическим методом, плотность – при помощи ареометра. Практически все образцы молока имеют показатели, соответствующие ГОСТу. Наибольшие отклонения в показателях качества, а молока выявлены в образце «Биоснежка» ООО «Биоснежка» г. Барнаул.

Ключевые слова: нитрит-ионы, диазотирование, 1-нафтиламин, 1-(4-аминонафтилазо)-бензол-4-сульфоновая кислота, показатели качества молока, массовая доля лактозы, массовая доля кальция.

ВВЕДЕНИЕ

Полноценное и безопасное питание населения является одним из важных факторов сохранения здоровья. Самыми полноценными считаются продукты животного происхождения, мясные и молочные. В целях охраны здоровья на предприятиях, где существуют вредные условия труда, работники получают молоко. Благодаря содержанию в нем кальция, фосфора, витаминов предотвращается развитие авитаминозов. Молоко является качественным продуктом питания и сырьем для молочной промышленности только в том случае, если в нем содержится нормальное количество питательных веществ, а органолептические и санитарно-гигиенические показатели соответствуют требованиям стандартов. В последние годы получаемая основная масса товарного молока производится в частном секторе агропромышленного комплекса, поэтому очень важно изучить качественные показатели данной продукции. Безопасность мясных изделий, в частности колбас, зависит от количества нитритов, добавляемых в качестве кон-

серванта и для придания розового цвета (пищевая добавка Е 250). Превышение содержания нитритов приводит к кислородному голоданию организма и имеет канцерогенный эффект. Они могут выступать в качестве агентов, обладающих противовоспалительными и антимикробными свойствами, проявлять антидепрессантную и противосудорожную активность. Цель данной работы – определение нитрит-ионов в колбасных изделиях и показателей качества молока.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве объектов исследования выбрано молоко разных производителей, приобретенное в торговых точках г. Барнаула, по итогам проведенного социологического опроса: «Алтайская буренка» ООО «Алтайская буренка» г. Барнаул; «Молочная сказка» ЗАО «Барнаульский молочный комбинат» г. Барнаул; «Простоквашино» ОАО «Кемеровский молочный комбинат» г. Кемерово; «Коровкино» ЗАО «Барнаульский молочный комбинат» г. Барнаул; «Домик в деревне» ОАО «Вимм-

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТ-ИОНОВ В КОЛБАСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ И ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА МОЛОКА

Билль-Данн» г. Москва; «Биоснежка» ООО «Биоснежка» г. Барнаул. Колбасные изделия ООО «Барнаульский пищевик»: колбаса молочная, вареная категории Б ГОСТ Р 52196-2011; колбаса чайная, вареная категории Б ГОСТ Р 52196-2011; колбаса русская, вареная ГОСТ Р 52196-2011.

Для определения показателей качества молока использованы химические и физико-химические методы анализа. Определены титруемая кислотность, буферная ёмкость, массовая доля лактозы и кальция – титриметрическими методами анализа. Гравиметрическим методом установлено содержание сухих веществ и воды. Активная кислотность (рН) определена потенциометрическим методом, плотность – при помощи ареометра [1–6].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Сравнения показателей по сезонам осень – весна выявило, что осенние показате-

тели менее отклонялись от норм, что связано с лучшим питанием и содержанием коров в данный период. Весенние показатели качества значительно хуже, на что повлияли малопитательные корма, а так же период восстановления после родов и лактации коров.

По показателям содержания кальция и рН все образцы соответствуют ГОСТу (таблицы 1, 2), по показателям буферной ёмкости (по щелочи) и титруемой кислотности отклонения наблюдаются в образце под названием «Алтайская буренка» ООО «Алтайская буренка» г. Барнаул. Показатели буферной ёмкости (по кислоте) незначительно ниже в образцах: «Биоснежка» ООО «Биоснежка» г. Барнаул и «Коровкино» ЗАО «Барнаульский молочный комбинат» г. Барнаул; содержание лактозы снижено в образце «Биоснежка» ООО «Биоснежка» г. Барнаул; содержание воды превышено на 5–8 %, согласно нормативному документу (ГОСТ 3626-73) в образце «Биоснежка» ООО «Биоснежка» г. Барнаул.

Таблица 1 – Показатели качества молока (n = 3, P = 0,95)

№ образца	Сухой молочный остаток, %	Массовая доля воды, %	Буферная ёмкость по кислоте	Буферная ёмкость по щелочи
Алтайская буренка	11,69±0,02	88,31±0,02	1,60±0,01	0,88±0,02
Молочная сказка	13,74±0,02	86,26±0,02	1,63±0,01	0,99±0,01
Домик в деревне	12,21±0,02	87,79±0,02	1,74±0,01	1,18±0,01
Коровкино	19,01±0,02	80,99±0,02	1,52±0,01	1,01±0,01
Простоквашино	17,37±0,01	82,53±0,02	1,57±0,01	1,09±0,01
Биоснежка	5,94±0,01	94,06±0,02	1,54±0,01	1,03±0,01
Соответствие показателей по ГОСТу	11.00–13.00	87.00–89.00	1,60-2,50	1,00-1,40

Таблица 2 – Показатели качества молока (n = 3, P = 0,95)

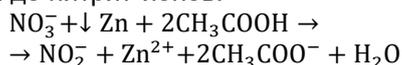
№ образца	рН	Титруемая кислотность, °Т	Массовая доля лактозы, %	Массовая доля кальция, мг%
Алтайская буренка	6,58±0,02	14,33±0,01	4,67±0,02	109,24±0,02
Молочная сказка	6,66±0,01	15,33±0,01	5,03±0,01	105,78±0,05
Домик в деревне	6,65±0,01	18,33±0,02	5,03±0,01	113,12±0,02
Коровкино	6,68±0,01	15,33±0,02	5,03±0,01	102,46±0,01
Простоквашино	6,55±0,01	18,00±0,02	4,67±0,01	116,10±0,02
Биоснежка	6,65±0,01	16,00±0,02	4,38±0,01	102,71±0,02
Соответствие показателей по ГОСТу	6,47–6,67	16.00–18.00	4.50–5.00	100–140

Определение нитрит-ионов проводилось тест-методом по методике для анализа сточных вод и почв [7, 8], модифицированной тем, **ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 1 2018**

что бумага-основа марки F с фильтровальной способностью 40 мм/мин заменена на индикаторные трубки. В основе применяемого ме-

тогда лежит реакция Грисса – реакция диазотирования и азосочетания с образованием азокрасителя при $\text{pH} = 2-4$ (см. схему реакции) [9, 10].

В случае появления при смешивании растворов розовой окраски добавляли цинковую пыль. При действии цинка в присутствии уксусной кислоты нитрат-ионы восстанавливаются до нитрит-ионов:



Индикаторные трубки готовили путем запаивания одного конца. Затем помещали 0,50 мл заранее приготовленного реактива Грисса и заклеивали сверху лейкопластырем медицинским.

Для создания стандартной цветовой шкалы использовали ГСО 7479-98 ($\text{C}(\text{NO}_2^-) = 1,00 \text{ мг/мл}$). При внесении в индикаторные трубки 0,50 мл рабочих растворов наблюда-

лось появление розовой окраски и ее изменение в зависимости от концентрации определяемого компонента. Пробоподготовку проводили методом квартования, затем пробу дважды измельчали в блендере. 12,50 г пробы, подготовленной к анализу, помещали в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводили дистиллированной водой до метки и перемешивали. Колбу с содержимым нагревали на водяной бане, периодически встряхивая, до $(55 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 5 мин. Затем вытяжку фильтровали через бумажный фильтр «Красная лента», не перенося осадка на фильтр. В мерную колбу вместимостью 100 мл вносили пипеткой 10 мл обезбелоченного фильтрата, доводили дистиллированной водой до метки и перемешивали. Интенсивность окраски реакционной зоны оценивали по стандартной цветовой шкале.

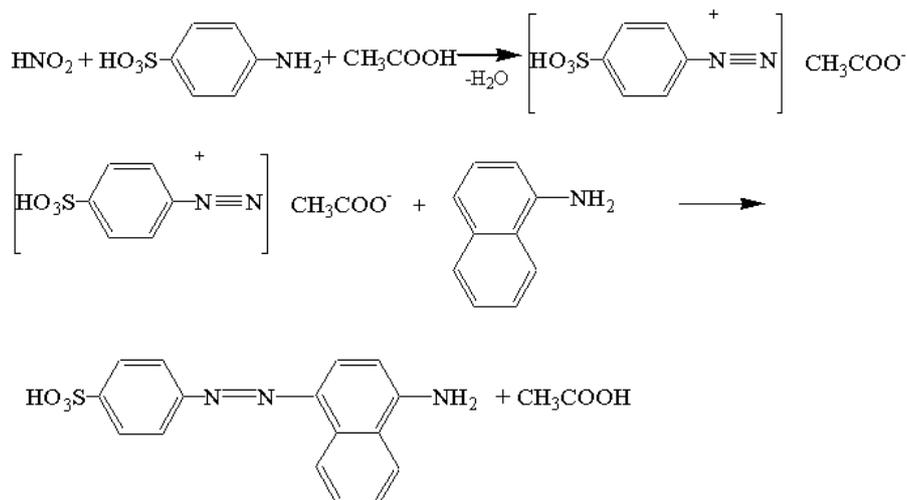


Рисунок 1 - Схема реакции

Массовую долю нитрит-ионов (X) в процентах вычисляли по формуле:

$$X = \frac{M * 250 * 100 * 100}{m * v * 10^6},$$

где M – массовая концентрация нитрит-ионов, найденная по стандартной цветовой шкале; m – масса продукта, г; v – количество фильтрата, мл; 10^6 – коэффициент перевода в граммы.

Время анализа составляет 15–20 минут. Результаты анализа представлены в таблице 3. Правильность метода контролировали фотометрическим методом Грисса-Илосвая, в котором образование промежуточной соли диазония при взаимодействии нитрита с сульфаниловой кислотой происходит по ре-

акции, в которой образуется 1-(4-аминонафтилазо)-бензол-4-сульфоновая кислота – краситель красного цвета (см. рисунок 1). Условия проведения этих реакций уточнялись: диазотирование должно проводиться в сильноокислых растворах на холоду, сочетание должно быть проведено только после того, как полностью закончится диазотирование и при возможно более низкой кислотности. Это должно быть учтено при подготовке реактивов (сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина). Для стабилизации pH в реакции сочетания использовали раствор ацетата натрия. Оптическую плотность образовавшегося красителя измеряют при 520 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТ-ИОНОВ В КОЛБАСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ И ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА МОЛОКА

Таблица 3 – Результаты определения нитрит-ионов в мясных продуктах (n = 3, P = 0,95)

Объект анализа	Найдено тест-методом, % (10 ³)	Найдено фотометрическим методом, % (10 ³)	Срок реализации при температуре хранения от 0 °С до +6 °С и относительной влажности 75±5, %
Образец 1	2±1	2,3±0,8	30 суток
Образец 2	3±1	3,0±0,8	60 суток
Образец 3	3,2±0,7	3,4±0,8	30 суток

Примечание: Образец 1 – колбаса молочная, вареная категории Б ГОСТ Р 52196-2011; Образец 2 – колбаса чайная, вареная категории Б ГОСТ Р 52196-2011; Образец 3 – колбаса русская, вареная ГОСТ Р 52196-2011.

Для построения градуировочного графика (см. рисунок 2) использовали ГСО 7479-98 (C(NO₂⁻) = 1,00 мг/мл). Для этого в колбу на 100 мл добавляли 1,00 мл ГСО и доводили до метки дистиллированной водой (C(NO₂⁻) = 10,00 мкг/мл). Рабочие растворы меньших концентраций 0,05; 0,10; 0,15; 0,18; 0,20; 0,25 мкг/мл готовили последовательным разбавлением исходного раствора дистиллированной водой. Стандартные растворы нитрит-иона не стойки, поэтому их готовят непосредственно перед построением градуировочного графика.

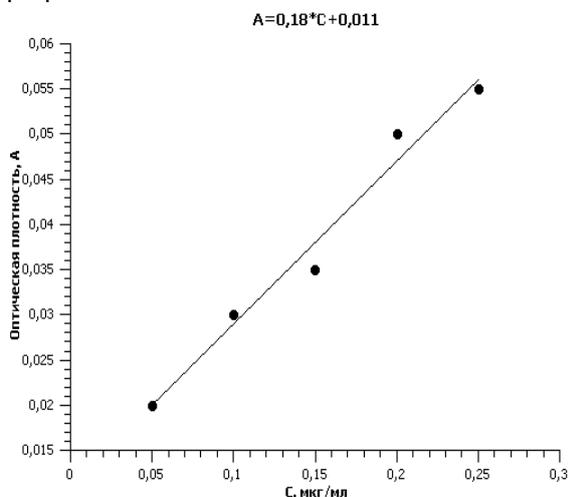


Рисунок 2 – Зависимость оптической плотности от концентрации нитрит-ионов

Массовая доля нитрит-ионов не должна превышать 0,005 %. Из результатов анализа можно сделать выводы, что образцы содержат нитрит-ионы не выше допустимого значения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, тест-метод определения нитрит-ионов в сточных водах и почве адаптирован для анализа пищевых продуктов путем замены носителя. Выбор методики обусловлен следующими причинами: доступ-

ность используемых реактивов, отсутствие сложной, дорогостоящей аппаратуры, простота выполнения, экспрессность. Учтены требования к аналитическим реагентам: контрастность цветовой шкалы, высокая скорость взаимодействия с определяемым компонентом. Изготовлены индикаторные трубки и создана стандартная цветочная шкала для быстрого определения содержания нитрит-ионов. Тест-метод апробирован на содержание нитрит-ионов в колбасных изделиях. Диапазон определяемых содержаний нитрит-ионов составляют 0,05–0,28 мкг/мл, время определения 15–20 минут.

Практически все образцы молока имеют показатели, соответствующие ГОСТу. Наибольшие отклонения в показателях качества молока выявлены в образце «Биоснежка» ООО «Биоснежка» г. Барнаул.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Фомина, О. Н. Молоко и молочные продукты / О. Н. Фомина. – М. «Протектор», 2011. – 880 с.
2. Барабанщиков, Н. В. Молочное дело / Н. В. Барабанщиков. – М. : Агропромиздат, 1990. – 414 с.
3. ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности. – М. : Стандартинформ, 2009. – 8 с.
4. ГОСТ 3626-73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества. – М. : Стандартинформ, 2009.. – 11с.
5. ГОСТ Р 55331-2012 Молоко и молочные продукты. Методы определения содержания кальция. – М. : Стандартинформ, 2013. – 8 с.
6. ГОСТ Р 51259-99. Молоко и молочные продукты. Методы определения лактозы и галактозы. – М. Госстандарт России, 2000. – 6 с.
7. Островская В. М. Вода индикаторные системы / В. М. Островская. – М. Мир, 2002. – 265 с.
8. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. – М. Изд-во стандартов, 1990. – 186 с.
9. Егорова, Л. С. Тест-определение нитритов в пищевых продуктах / Л. С. Егорова, А. М. Канда-

урова // Известия Алтайского государственного университета. – 2011. – № 3-1. – С. 104–107.

10. ГОСТ 9792-73. Отбор и подготовка проб колбасных изделий. – М. Из-во стандартов, 1993. – 6 с.

Егорова Людмила Сергеевна – к.х.н., доцент кафедры техносферной безопасности и аналитической химии АлтГУ, e-mail: egorova@chem.asu.ru.

Лейтес Елена Анатольевна – к.х.н., доцент кафедры техносферной безопасности и аналитической химии АлтГУ, e-mail: leites-elena@yandex.ru.

Греку Ксения Владимировна – студентка 601 гр химического факультета АлтГУ, тел.: 8-913-219-48-58.

Евдокимова Елена Юрьевна – студентка 661М гр химического факультета АлтГУ, тел.: 8-960-942-02-32.