

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ**

**КЫРГЫЗСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ им. И.Раззакова**

Кафедра «Технологии продуктов общественного питания»

**БЕЗОПАСНОСТЬ ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ И
ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ**

методические указания

Бишкек – 2010

«Рассмотрено»
на заседании кафедры «Технологии
продуктов общественного питания»
Протокол № 3 от 30.09.10

«Одобрено»
Методическим советом
технологического факультета
Протокол № 2 от 21.09.10

УДК: 614.31: 663 (072)

Составители: ТАМАБАЕВА Б.С., КАРАТАЕВА К.К.

Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания. Методические указания / КГТУ им. И.Раззакова; сост.: Б.С.Тамабаева, К.К.Каратаева. – Б.: ИЦ «Текник», 2010. – 30 с.

Излагаются методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания».

Предназначены для студентов специальности 552402.01 «Технология продуктов общественного питания» дневной и заочной форм обучения

Рецензент Начальник испытательной лаборатории пищевой и с/х продукции ГП «Кыргызский центр испытаний и сертификации» к.т.н., с.н.с. А.М.Аксупова.

Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания
Методические указания

Составители: *Тамабаева Б.С., Каратаева К.К.*

Редактор *Дмитриенко К.М.*
Тех. редактор *Субанбердиева Н.Е.*

Подписано к печати 26.12.2010 г. Формат бумаги 60x84¹/₁₆.
Бумага офс. Печать офс. Объем 2 п.л. Тираж 50 экз. Заказ 312. Цена 32 сом.

Бишкек, ул. Сухомлинова, 20. ИЦ «Текник» КГТУ им. И.Раззакова, т.: 54-29-43
e-mail: beknur@mail.ru

Общие указания

Курс «Безопасность продовольственного сырья и продуктов питания» в Государственном образовательном стандарте направления 552402 «Технология продовольственных продуктов специального назначения и общественного питания» имеет своей целью формирование у будущих специалистов современных представлений о безопасности продовольственного сырья и продуктов питания.

Основными задачами курса являются:

- изучение путей загрязнения продовольственного сырья и пищевых продуктов;
- контроль качества продовольственного сырья и пищевых продуктов.

Данные методические указания разработаны с целью оказания содействия студентам при выполнении лабораторной работы.

Техника безопасности при работе в лаборатории

С целью предупреждения несчастных случаев в химической лаборатории требуется соблюдать правила техники безопасности.

Необходимо руководствоваться следующими правилами:

1. Познакомиться с правилами техники безопасности при работе в лаборатории и расписаться в журнале проведения инструктажа.
2. В лаборатории работать только в спец. одежде.
3. Ведя перегонку, все время необходимо следить за прибором и нормальной работой холодильника. Нельзя оставлять прибор без наблюдения даже на короткое время. Уходя, следует выключать источник обогрева.
4. При работах, связанных с горючими веществами, необходимо следить, чтобы поблизости не было открытого огня.
5. Нельзя наливать горючее в спиртовку, не потушив ее.
6. Необходимо следить за сухостью приборов, соблюдать правила пользования электроприборами. Закончив работу, электроприборы нужно выключить. При возникновении пожара необходимо быстрее ликвидировать вспышку. При этом следует пользоваться сухим песком, кошмой, огнетушителями. Необходимо помнить, что вода часто не тушит загоревшиеся жидкости, а способствует разбрызгиванию их и тем самым вызывает распространение пожара.
7. Смешивая концентрированные кислоты с водой, необходимо лить кислоту в воду, а не наоборот. При этом нужно интенсивно размешивать жидкость, надев предварительно предохранительные очки и резиновые перчатки.
8. При попадании на тело или одежду концентрированной кислоты или щелочи необходимо немедленно удалить ее с обожженного места, сильной струей воды промыть место ожога и обратиться в медпункт.

Введение

Жизнь человека тесно взаимосвязана с условиями окружающей его внешней среды: без кислорода воздуха человек может прожить около 3 минут, без воды - 3 дня, без пищи - немногим более 30 дней. Прежде всего, пища определяет важные физиологические процессы поддержания целостности тканей; она регулирует биохимические механизмы обмена веществ и является главным детерминантом роста и развития. Однако, пищевые продукты могут оказывать вредное воздействие на организм человека в силу нутриентного несоответствия (количественного и качественного) потребностям организма и содержащихся в них ксенобиотиков.

Вмешательство человека в окружающую среду обусловило загрязненность пищевого сырья и продуктов питания токсичными веществами. При этом вредные вещества, попав в экосистему, не исчезают бесследно. Даже в низких концентрациях при длительном воздействии они могут повредить человеку, животным и растениям. Как показали исследования, многие ксенобиотики могут передаваться по пищевым цепям, а в отдельных звеньях пищевой цепи может происходить их концентрирование, если они не разлагаются и не выводятся из организма. Это характерно и для человека как составного элемента экосистемы, находящегося на вершинах многих пищевых цепей.

По данным Государственной службы наблюдений за состоянием окружающей среды, уровни загрязнения природной среды в КР за последние 10 лет оставались высокими, что не могло не сказаться на контаминации (загрязнении) пищевых продуктов различными ксенобиотиками, что представляет реальный риск развития у потребителей хронических интоксикаций и негативных для здоровья отдаленных последствий. Это связано с широким использованием пестицидов в сельском хозяйстве, с увеличением производства и оборота генетически модифицированных пищевых продуктов, с ростом популярности биологически активных добавок к пище и т.д.

Таким образом, в промышленно развитых странах в условиях избытка продуктов питания наиболее актуальной проблемой становится проблема качества и безопасности пищи.

Основные термины и определение

Рассмотрим перечень основных терминов и определений, принятых в настоящее время в науке о питании.

Продовольственное сырье – объекты растительного, животного, микробиологического, а также минерального происхождения, вода, используемые для производства пищевых продуктов.

Пищевые продукты – продукты, произведенные из продовольственного сырья и используемые в пищу в натуральном или переработанном виде.

Качество пищевых продуктов – совокупность свойств, отражающих способность продукта обеспечивать органолептические характеристики, по-

требность организма в пищевых веществах, безопасность его для здоровья, надежность при изготовлении и хранении.

Методико-биологические требования к качеству пищевых продуктов – комплекс критериев, определяющих пищевую ценность и безопасность продовольственного сырья и пищевых продуктов.

Безопасность пищевых продуктов – отсутствие токсического, канцерогенного, мутагенного или любого другого неблагоприятного действия пищевых продуктов на организм человека при употреблении их в общепринятых количествах. Гарантируется установлением и соблюдением регламентируемого уровня содержания загрязнителей химического, биологического и (или) природного происхождения.

Пищевая ценность – понятие, отражающее всю полноту полезных свойств пищевого продукта, включая степень обеспечения физиологических потребностей человека в основных пищевых веществах, энергию и органолептические достоинства. Характеризуется химическим составом пищевого продукта с учетом его потребления в общепринятых количествах.

Биологическая ценность – показатель качества пищевого белка, отражающий степень соответствия его аминокислотам для синтеза белка. Фальсификация пищевых продуктов и продовольственного сырья – изготовление и реализация поддельных пищевых продуктов и продовольственного сырья, не соответствующих своему названию и рецептуре.

Теоретическая часть

Показатели безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов должны соответствовать Гигиеническим требованиям безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов, санитарно – эпидемиологическим правилам и нормативам СанПиН 2.3.2.560 – 96, ГОСТам и другим действующим нормативным документам для конкретных видов продуктов. При этом производственный контроль за соответствием пищевых продуктов требованиям безопасности и пищевой ценности должны осуществлять предприятия – изготовители. Государственный санитарно – эпидемиологический надзор осуществляется учреждениями Госсанэпиднадзора.

В соответствии с СанПиН 2.3.2.560 – 96, обязательные гигиенические требования пищевой ценности установлены только для отдельных продуктов переработки мяса и птицы, масла коровьего, а также для фруктовых и овощных соков. Для всех остальных продуктов питания показатели пищевой ценности обосновываются изготовителем (разработчиком технических документов) на основе аналитических методов исследования или с использованием расчетного метода с учетом рецептуры пищевого продукта и данных по составу сырья. При этом органолептические свойства пищевых продуктов должны удовлетворять традиционно сложившимся вкусам и привычкам населения и не вызывать жалоб со стороны потребителей (вкус, цвет, запах, консистенция). Требования, которым должны соответствовать органолептические свойства пищевых про-

дуктов, устанавливаются нормативной и технической документацией на ее производство.

Безопасность пищевых продуктов оценивается по гигиеническим нормативам, которые включают биологические объекты, потенциально опасные химические соединения, радионуклиды и вредные растительные примеси. Присутствие их в пищевых продуктах не должно превышать допустимых уровней содержания в заданной массе (объеме) исследуемой продукции. Указанные показатели безопасности установлены для 11 групп продуктов:

1. Мясо и мясопродукты; птица, яйца и продукты их переработки;
2. Молоко и молочные продукты;
3. Рыба, нерыбные продукты промысла и продукты, вырабатываемые из них;
4. Зерно (семена), мукомольно-крупяные и хлебобулочные изделия;
5. Сахар и кондитерские изделия;
6. Плодоовощная продукция;
7. Растительные масла и жировые продукты;
8. Напитки;
9. Другие продукты;
10. Биологически активные добавки к пище;
11. Продукты детского питания.

Безопасность пищевых продуктов, как животного, так и растительного происхождения, определяется, прежде всего, по микробиологическим показателям. Гигиенические нормативы включают контроль за четырьмя группами микроорганизмов:

1. Санитарно – показательные аэробных и факультативно - анаэробных микроорганизмов (в колониеобразующих единицах – КОЕ/ г):
 - бактерии группы кишечных палочек – БГКП (колиформы)
 - бактерии семейства Enterobacteriaceae
 - энтерококки
2. Условно – патогенные микроорганизмы: *E. coli*, *S.aureus*, *Proteus*, *V. Cereus*, сульфатредуцирующие клостридии, параземолитический вибрион (*Vibrio parahaemolyticus*);
3. Патогенные микроорганизмы, в т.ч. сальмонеллы, листерии (*Listeria monocytogenes*), бактерии рода иерсений (*Yersinia*);
4. Микроорганизмы порчи – в основном это дрожжи и плесневые грибы, молочнокислые микроорганизмы.

В табл.1. представлены гигиенические требования к основным пищевым продуктам.

Гигиенические требования к пищевым продуктам

Показатели пищевой и биологической ценности	Показатели безопасности
<p>1. Пищевая ценность:</p> <ul style="list-style-type: none"> • количество белков; • количество углеводов; • количество витаминов; • количество минеральных веществ; • энергетическая ценность; • органолептические свойства; • биодоступность <p>2. Биологическая ценность</p> <ul style="list-style-type: none"> • степень соответствия аминокислотного состава белка в продуктах; • содержание минорных компонентов пищи (фитосоединений). 	<p>1. Потенциально опасные химические вещества:</p> <ul style="list-style-type: none"> • токсичные элементы; • пестициды; • антибиотики, кормовые добавки, гормоны; • нитраты, нитриты, нитрозамины; • гистамин; • бенз(о)пирен; • полихлорированные бифенилы; <p>2. Радионуклиды</p> <p>3. Биологические контаминанты:</p> <ul style="list-style-type: none"> • микотоксины (афлотоксин В₁ вомитоксин, зеаролин, патулин, Т-2 токсин, дезоксиниваленол); • микроорганизмы. <p>4. Вредные растительные примеси (спорынья, вязель, гелиотроп, триходесма и др.).</p>

Для большинства групп микроорганизмов нормируется масса продукта, в которой не допускаются группы кишечных палочек, большинство условно – патогенных микроорганизмов, а также патогенные микроорганизмы, в т.ч. сальмонеллы. В других случаях норматив отражает количество колониеобразующих единиц в 1 г (мл) продукта (КОЕ/ г, мл).

В продовольственном сырье и пищевых продуктах не допускается наличие возбудителей паразитарных заболеваний (гельминты, их яйца и личиночные формы). В мясе и мясных продуктах не допускается наличие возбудителей: финны (цистицеркоиды), личинки трихинелл и эхинококков, цисты саркоцит и цитоплазм. В рыбе, ракообразных, моллюсках, земноводных, пресмыкающихся и продуктах их переработки не допускается наличие живых личинок паразитов, опасных для здоровья человека.

Во всех видах продовольственного сырья и пищевых продуктов нормируются токсичные элементы: *свинец, мышьяк, кадмий, ртуть*. Дополнительно к перечисленным элементам в консервированных продуктах (консервы из мяса мясорастительные; консервы из субпродуктов; консервы птичьи; консервы мо-

лочные; консервы и пресервы рыбные; консервы из печени рыб; консервы овощные, фруктовые, ягодные; консервы грибные; соки, нектары, напитки, концентраты овощные, фруктовые, ягодные в сборной жестяной или хромированной таре) нормируются *олово* и *хром*. В продуктах переработки растительных масел и животных жиров, включая рыбий жир, маргарины, кулинарные жиры, кондитерские жиры, майонезы, фосфатидные концентраты наряду со свинцом, мышьяком, кадмием и ртутью нормируется *никель*. Дополнительно к свинцу, мышьяку, кадмию и ртути в коровьем масле, топленых животных и растительных жирах нормируются *медь* и *цинк*. Не нормируется ртуть в меде, сухих специях и пряностях.

Во всех видах продовольственного сырья и пищевых продуктах нормируются так называемые «глобальные» пестициды: гексахлорциклогексан (α , β , γ – изомеры), ДДТ и его метаболиты; в рыбе и продуктах ее переработки - дополнительно нормируются 2,4 – Д – кислота, ее соли и эфиры; в зерне и продуктах его переработки – гексахлорциклоргексан (α , β , γ – изомеры), ДДТ и его метаболиты, гексахлорбензол, ртутьорганические пестициды, 2,4 – Д – кислота, ее соли и эфиры.

Полихлорированные бифенилы нормируются в рыбе и рыбных продуктах; бенз(о)пирен – в зерне, копченых мясных и рыбных продуктах.

В отдельных пищевых продуктах нормируется содержание азотосодержащих соединений: гистамина – в рыбе семейства лососевых, скумбриевых, тунцовых; нитратов – в плодоовощной продукции; N – нитрозаминов – в рыбе, мясе и продуктах его переработки, в пивоваренном солоде.

Радиационная безопасность продуктов животного и растительного происхождения определяется их соответствием допустимым уровням удельной активности радионуклидов цезия – 137 и стронция – 90.

В продуктах животного происхождения регламентируется содержание ветеринарных препаратов: стимуляторов роста животных антибиотиков (в том числе гормональных препаратов), лекарственных средств (в том числе антибиотиков), применяемых в животноводстве для целей откорма, лечения и профилактики заболеваний скота и птицы. При этом контроль за указанными ветеринарными препаратами основывается на информации, представляемой при изготовлении и хранении стимулятора роста животных и лекарственных препаратов.

В продуктах растительного происхождения помимо вышеперечисленных показателей нормируются: микотоксины (афлотоксин В₁, вомитоксин, зеаролин, дезоксиниваленол, Т- 2 токсин, патулин), нитраты и нитрозамины, бензопирен, вредные растительные примеси (спорынья, вязель, гелиотроп, триходесма и др.), загрязненность и зараженность вредителями хлебных запасов. В таблице 2 даны показатели, контролирующие безопасность пищевых продуктов.

Регламентируемые показатели

Объекты	Показатели
Мясо и мясо-продукты	1. Микробиологические показатели: КМАФАнМ, бактерии группы кишечная палочка (БГКП), сульфатредуцирующие клостридии, <i>S. aureus</i> , бактерии рода <i>Proteus</i> , <i>E. coli</i> , <i>Enterococcus</i> , патогенные микроорганизмы, в том числе сальмонеллы и <i>Listeria monocytogenes</i> , плесени. 2. Наличие возбудителей: финны (цистицеркоиды), личинки трихинелл и эхинококков, цисты саркоцист и токсоплазмы (не допускаются). 3. Токсичные элементы (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, олово, хром). 4. Пестициды – гексахлорциклогексан (α , β , γ – изомеры), ДДТ и его метаболиты. 5. Антибиотики (левомецитин, тетрациклиновая группа, гризин, бацитрацин). 6. Бенз(о)пирен. 7. Нитрозамины. 8. Нитраты (в мясорастительных консервах). 9. Радионуклиды (цезий – 137, стронций – 90). 10. Ряд ветеринарных препаратов (прогестерон, тестостерон, эстрадиол - 17 b и др.)
Рыба и рыбо-продукты	1. Микробиологические показатели: КМАФАнМ, бактерии группы кишечная палочка (БГКП), сульфатредуцирующие клостридии, <i>S. aureus</i> , бактерии рода <i>Proteus</i> , <i>E. coli</i> , <i>Enterococcus</i> , патогенные микроорганизмы, в том числе сальмонеллы, <i>L. monocytogenes</i> , <i>Vibrio parahaemolyticus</i> , дрожжи и плесени. 2. Токсичные элементы (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, олово, хром). 3. Пестициды (гексахлорциклогексан и его изомеры, ДДТ и его метаболиты, 4 – Д кислота и ее соли и эфиры). 4. Гистамин (в рыбе – тунец, скумбрия, лосось, сельдь). 5. Нитрозамины (сумма НДМА и НДЭА). 6. Полихлорированные бифенилы. 7. Бенз(о)пирен. 8. Радионуклиды (цезий – 137, стронций – 90). 9. Паразитологические показатели
Молоко и молочные продукты	1. Микробиологические показатели: КМАФАнМ, бактерии группы кишечная палочка (БГКП), сульфатредуцирующие клостридии, <i>S. aureus</i> , бактерии рода <i>Proteus</i> , <i>E. coli</i> , <i>Enterococcus</i> , патогенные микроорганизмы, в том числе сальмо-

	<p>неллы, <i>L.monocytogenes</i>, плесени и дрожжи</p> <p>2.Токсичные элементы (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, олово, хром).</p> <p>3.Пестициды – гексахлорциклогексан (α, β, γ – изомеры) , ДДТ и его метаболиты.</p> <p>4.Микотоксины (афлотоксин М₁).</p> <p>5.Антибиотики (левометицилин, тетрациклиновая группа, стрептомицин, пенициллин).</p> <p>6.Радионуклиды (цезий – 137, стронций – 90).</p> <p>7.Ингибирующие вещества.</p>
<p>Зерно, мука, крупяные, хлеб и хлебобулочные изделия</p>	<p>1.Микробиологические показатели: количество мезофильных аэробных и факультативно анаэробных микроорганизмов, бактерии группы кишечных палочек <i>S. aureus</i>, бактерии рода <i>Proteus</i>, <i>E.coli</i>, <i>Enterococcus</i>, патогенные микроорганизмы, в том числе сальмонеллы, <i>L.monocytogenes</i>, <i>Vibrio parahaemolyticus</i>, дрожжи и плесневые грибы.</p> <p>2.Токсичные элементы (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, медь).</p> <p>3.Микотоксины (афлотоксин В₁, зеаролено, Т – 2 токсин, дезоксиниваленол).</p> <p>4.Пестициды (гексахлорциклогексан, ДДТ и его метаболиты, гексахлорбензол, а также ртутьорганические пестициды, 2,4 – Д – кислота, ее соли и эфиры).</p> <p>5.Нитраты, нитрозоамины, бензпирен.</p> <p>6.Радиационная безопасность определяется соответствием допустимым уровням удельной активности радионуклидов цезия – 137 и стронция – 90.</p> <p>7.Вредные растительные примеси:</p> <ul style="list-style-type: none"> - спорынья; - вязель разноцветный; -гелиотроп опушенноплодный; -триходесма седая; -горчак ползучий, софора лисохвоста, -термопсис ланцетный (по совокупности); -фузариозные зерна; -головневые зерна (мараные, синегузочные); -зерна с розовой окраской; -наличие зерен с ярко желто – зеленой флуоресценцией. <p>8. Загрязненность и зараженность вредителями хлебных запасов..</p>
<p>Плодоовощная продукция</p>	<p>1.Микробиологические показатели: количество мезофильных аэробных и факультативно анаэробных микроорганизмов, бактерии группы кишечных палочек, <i>S. aureus</i>, сульфатредуцирующие клостридии, <i>V. aureus</i>, патогенные микроорганизмы, в том числе сальмонеллы и листерии, микро-</p>

	<p>организмы порчи – дрожжи и плесневые грибы.</p> <p>2.Токсичные элементы (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, олово, хром).</p> <p>3.Микотоксины (патулин). В чае, кофе и орехах еще нормируется афлатоксин В₁.</p> <p>4.Пестициды (гексахлорциклогексан, ДДТ и его метаболиты, гексахлорбензол).</p> <p>5.Нитраты.</p> <p>6.Радиационная безопасность определяется соответствием допустимым уровням удельной активности радионуклидов цезия -137 и стронция – 90.</p>
--	--

Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с методическим руководством к лабораторной работе во внеурочное время, составить предварительный отчет.

В отчет необходимо включить:

- наименование и цель лабораторной работы, материальное оснащение;
- общие сведения по показателям безопасности продукции и схему выполнения работы.

Оформленный отчет необходимо представить преподавателю в начале занятия.

- перед выполнением эксперимента необходимо проверить наличие реактивов, соответствие их требуемой концентрации, наличие посуды.
- для практической оценки качества безопасности продукции необходимо взять у лаборанта исследуемые образцы.

Лабораторная работа 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ

Цель работы: Освоить методики определения нитратов и нитритов в пищевых продуктах

Задачи исследования:

- изучить ионометрический и фотометрические методы количественного определения нитратов и нитритов;
- установить содержание нитрат- и нитрит-ионов в продуктах растительного и животного происхождения;
- по результатам исследований дать санитарно-гигиеническую оценку исследуемых образцов.

Объекты исследования. Зерно и продукты его переработки, овощные культуры для определения нитратов; мясо говядины, баранины, свинины и птицы; субпродукты I и II категорий, колбасные изделия, продукты из свинины, говядины, баранины, мяса птицы; консервы, при изготовлении которых применяют нитрит натрия.

Методические указания. Среди перечня токсических и вредных веществ, обнаруживаемых в сырье и продуктах, большое практическое значение имеет определение нитрат- и нитрит-ионов, источниками которых служат корма животных и собственно нитрит, добавляемый для имитации цвета при производстве мясных продуктов.

Проблема производства экологически чистых продуктов питания связана с реализацией инструментальных методов контроля вредных веществ, применяемых в условиях производства и имеющих достаточную точность и экспрессность.

Ионометрический метод определения нитрат- и нитрит-ионов предусматривает использование ионоселективного (нитратного) электрода типа ЭМ-ЛЮ₃-01 путем индикации и измерения ЭДС электрода на ионометре И-130. Измерение ЭДС и определение концентрации нитратов проводят в водной вытяжке, полученной из пробы продукта после предварительной экстракции при интенсивном перемешивании смеси с последующим фильтрованием. Для исследования растворов с небольшими концентрациями нитрат- и нитрит-ионов используют метод добавок. В 50 см³ вытяжки измеряют ЭДС, затем в нее вводят нитрат калия так, чтобы массовая концентрация нитрата увеличилась до значений, соответствующих предварительно построенному калибровочному графику. По разнице значений рассчитывают искомую величину.

Для определения содержания нитритов их окисляют персульфатом аммония до нитратов. Разность между найденным суммарным содержанием нитрат-ионов и начальной концентрацией нитрат-ионов равна концентрации нитрит-ионов.

Фотометрические методы применяют в ряде модификаций, каждая из которых имеет практическое значение в анализе мясных продуктов и основана на той или иной химической реакции с образованием специфически окрашенных растворов. Например, применяется метод, основанный на реакции нитрита с α -нафтилэтилендиамином дигидрохлорида и сульфаниламидом в фильтрате с удаленным белком с последующим фотометрированием или визуальным определением интенсивности окраски. При фотоколориметрическом определении интенсивности окраски метод соответствует международному стандарту и применяется при разногласиях в оценке. Используют также метод, основанный на реакции нитрита с реактивом Грисса (смесь растворов сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина в уксусной кислоте) в фильтрате с удаленным белком с последующим измерением интенсивности окраски на фотоколориметре.

Подготовка проб. С колбасных изделий снимают оболочку, с фаршированных колбас и языков в шпике — поверхностный слой шпика и оболочку, с окороков, лопаток, рулетов, корейки и грудинки — поверхностный слой шпика. Затем пробы дважды измельчают на мясорубке с отверстиями решетки диамет-

ром от 3 до 4мм. Продукты, полностью состоящие из шпика с промежуточными слоями мышечной ткани (ветчина в форме, прессованный бекон и аналогичные им), измельчают полностью. Полученный фарш тщательно перемешивают, помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью от 200 до 400 см³, заполнив ее полностью, закрывают крышкой. Пробу хранят при (4±2) °С до окончания анализа. Анализ проводят не позднее чем через 24 ч после отбора проб. Пробу сырых продуктов анализируют сразу после измельчения.

1. Определение нитрат - и нитрит-ионов ионометрическим методом

Материалы, реактивы и оборудование. Ионометр И-130 или нитратомер; ионоселективный электрод на NO₃-ионы; электрод сравнения — хлорсеребряный; весы технические и аналитические; конические колбы вместимостью 250см³; химические стаканы вместимостью 50см³; мерный цилиндр вместимостью 100см³; мерная колба вместимостью 1 дм³; пипетки вместимостью 5 и 10см³; нитрат калия, ч. д. а; водный раствор сульфата цинка массовой долей 0,45 %; водный раствор сульфата калия концентрацией (1/2 K₂SO₄) 1 моль/дм³; водный раствор гидроксида натрия NaOH (0,1 моль/дм³); водный раствор персульфата аммония (NH₄)S₂O₈ массовой долей 8 %.

Порядок проведения анализа. Для определения нитрат-ионов в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску продукта массой 10—20 г, взятую с точностью 0,01 г, добавляют 100 см³ дистиллированной воды (подогретой до 50—60 °С) и экстрагируют в течение 30 мин при непрерывном перемешивании. Содержимое колбы охлаждают и фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу. В полученном мутном растворе осаждают белки. Для этого добавляют к фильтрату 2,5 см³ раствора гидроксида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и 10см³ раствора сульфата цинка массовой долей 0,45 %, нагревают 5 мин на водяной бане при температуре кипения, охлаждают колбу и полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат и промывные воды после промывания осадка белков на фильтре собирают в мерную колбу вместимостью 100см³ и доводят объем до метки раствором сульфата калия молярной концентрацией 1 моль/дм³. В прозрачном фильтрате измеряют ЭДС, по величине которой на калибровочном графике находят начальное содержание нитрат-ионов в растворе.

Для определения нитрит-ионов их окисляют персульфатом аммония до нитратов. К 25 см³ фильтрата добавляют 0,5 см³ раствора персульфата аммония массовой долей 8 %, энергично перемешивают и через 5 мин измеряют ЭДС, по величине которой находят концентрацию нитрат-ионов после окисления нитрит-ионов, используя калибровочный график. Разность между найденным суммарным содержанием нитрат-ионов и начальной концентрацией нитрат-ионов равна концентрации нитрит-ионов, содержащихся в исследуемом растворе.

Содержание нитрат-ионов (мг %) в мясе и мясных продуктах находят по формуле:

$$X_1 = (62 \cdot c \cdot 100 / m) \cdot 100, \quad (1)$$

где 62 - молярная масса эквивалента нитрат-ионов, г/моль; c - концентрация нитрат-ионов до окисления, найденная по калибровочному графику, моль/дм³; 100 - объем фильтрата, см³; m - навеска измельченного мяса, г.

Содержание нитрит-ионов (мг %) в мясе и мясных продуктах находят по формуле:

$$X_2 = (46(c_1 - c) \cdot 100 / m) \cdot 100, \quad (2)$$

где 46 - молярная масса эквивалента нитрит-ионов, г/моль; c_1 - концентрация нитрат-ионов после окисления, найденная по калибровочному графику, моль/дм³; 100 - объем фильтрата, см³.

2. Определение нитритов фотометрическим методом

2.1. Метод определения нитрита натрия по реакции Грисса

Материалы, реактивы и оборудование. Мясорубка; весы лабораторные; баня водяная; колбы мерные вместимостью $100, 200 \text{ см}^3$; стакан химический; конические колбы вместимостью 100 см^3 ; воронки стеклянные; фильтры беззольные бумажные; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр; раствор гидроксида натрия молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$; раствор сульфата цинка массовой долей $0,45 \%$; водный раствор аммиака молярной концентрацией $3,0 \text{ моль/дм}^3$; раствор соляной кислоты молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$; реактив Грисса; раствор сравнения, содержащий 1 мкг нитрита натрия в 1 см^3 ; рабочий раствор нитрита натрия; кислота сульфаниловая безводная, ч. д. а. (или х. ч.); α -нафтиламин, х. ч.

Порядок проведения анализа. Взвешивают 20 г подготовленной к анализу пробы с точностью не более $0,01 \text{ г}$, помещают в химический стакан, заливают $35\text{—}40 \text{ см}^3$ дистиллированной воды, нагретой до $(55 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ и настаивают, периодически перемешивая, в течение 10 мин . Затем вытяжку фильтруют через фильтр в мерную колбу вместимостью 200 см^3 . Навеску несколько раз промывают и переносят на фильтр, вновь промывают водой, затем раствор охлаждают и доводят водой до метки.

Для приготовления вытяжки сырокопченых продуктов из свинины, баранины, говядины и сырокопченых колбас навеску массой 20 г заливают 200 см^3 предварительно нагретой до $(55 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ дистиллированной воды и настаивают, периодически помешивая, в течение 30 мин . Затем вытяжку фильтруют через фильтр, не перенося осадка на фильтр.

20 см^3 вытяжки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , добавляют 10 см^3 раствора гидроксида натрия молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ и 40 см^3 раствора сульфата цинка массовой долей $0,45 \%$ для осаждения белков. Смесь в колбе нагревают в течение 7 мин на водяной бане при температуре кипения, после чего охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр.

Параллельно проводят контрольный анализ на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 100 см³ вместо 20 см³ вытяжки 20 см³ дистиллированной воды.

В коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают 5 см³ прозрачного фильтрата, полученного после осаждения белков, 1 см³ раствора аммиака, 2 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ дистиллированной воды и, для усиления окраски, 5 см³ раствора сравнения, содержащего 1 мкг нитрита натрия в 1 см³. Затем в колбу приливают 15 см³ реактива Грисса и через 15 мин измеряют интенсивность окраски на спектрофотометре при длине волны 538 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (№ 6) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см в отношении раствора сравнения.

Массовую долю нитрита (%) вычисляют по формуле

$$X = (M_1 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 30) / m \cdot 20 \cdot 5 \cdot 10^6, \quad (4)$$

где M_1 - массовая концентрация нитрита натрия, найденная по калибровочному графику, мкг/см³; m - масса навески продукта, г; 10^6 - коэффициент перевода в граммы.

Полученные результаты анализа сводят в таблицу 2.

Таблица
2

Образец	Используемый метод	Содержание, мг/кг	
		нитритов	нитратов

Полученные результаты студенты сравнивают с предельно допустимыми значениями для данного вида продуктов, делают выводы и формулируют общее заключение по работе. Учитывая возможность выполнения работы в учебной лаборатории, определяем содержание нитритов фотометрическим методом.

Вопросы для самоконтроля

1. Назовите виды пищевых добавок.
2. Назовите операции по подготовке продуктов к анализу.
3. Сущность метода определения нитритов, нитратов.
4. Назначение калибровочной кривой.
5. Основные источники поступления нитратов и нитритов в организм человека, влияние на их содержание различных факторов.

Лабораторная работа 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Цель работы. Освоить методы подготовки проб, качественного и количественного определения токсичных элементов в зерне и продуктах его переработки, овощных культурах, в мясе, вторичных продуктах убоя скота. Для этой целью надо:

- подготовить пробы к определению токсичных элементов способами мокрой минерализации и кислотной экстракции;
- определить массовую долю тяжелых металлов в мясных продуктах колориметрическим методом.

Объекты исследования. Образцы муки, крупы, хлеба и хлебобулочных изделий, овощных культур, молочных товаров, мышечной ткани различных видов убойных животных и птицы.

Методические указания. Лабораторная работа по определению токсиантов является комплексной и включает в себя несколько этапов, каждый из которых может использоваться как самостоятельно, так и в комплексе. Тяжелые металлы в биологических объектах прочно связаны с белками. Для их определения необходимо разрушить эти комплексы (альбуминаты). Цель достигается мокрой минерализацией или кислотной экстракцией (в случае анализа жировых продуктов) исследуемого материала.

Способ сухой минерализации основан на полном разложении органических веществ путем сжигания образца сырья или продукта в электропечи при контролируемом температурном режиме. Этот способ рекомендуется использовать при подготовке проб всех видов продуктов, кроме жиров, для определения содержания свинца, кадмия, меди, цинка.

Способ мокрой (кислотной) минерализации основан на полном разрушении органических веществ пробы продукта при нагревании с серной и азотной концентрированными кислотами с добавлением хлорной кислоты или пероксида водорода и может быть использован для исследования всех видов мясного сырья и продуктов, кроме животных жиров.

Способ мокрой минерализации применяется при подготовке проб для качественных реакций обнаружения свинца и цинка, качественного и количественного определений мышьяка, определения олова в мясном сырье и продуктах, за исключением жировых, а также для определения содержания меди во всех видах продуктов, включая жиры. Каждый из способов имеет свои преимущества и недостатки.

При мокром озолении все металлы без потерь переходят в раствор, однако для пищевых продуктов, содержащих большое количество органических веществ и имеющих незначительную зольность, приходится брать достаточно большую навеску (10-20г). Расход кислоты для обугливания оказывается достаточным, чтобы внести в анализируемый раствор дополнительное количество минеральных элементов, а это влияет на количественные результаты.

Поэтому для многих пищевых продуктов лучше применять осторожное сухое озоление. Хорошие результаты дает применение для предварительного обугливания инфракрасной лампы мощностью 250 или 500 Вт. Озоление проводят при температуре 450 - 550 °С до постоянной массы. Остаток растворяют в 1-2 см³ соляной кислоты, добавляют 3- 5 см³ дважды дистиллированной воды и нагревают до растворения. Раствор переносят в колбу вместимостью 50 см³ и доводят водой до метки. При температуре озоления не выше 550 °С сохраняются следующие элементы: натрий, калий, кальций, магний, железо, цинк, медь, кобальт, марганец и олово.

Способ кислотной экстракции (неполной минерализации) основан на экстракции токсичных элементов из пробы продукта при кипячении с разбавленными растворами соляной или азотной кислоты. Способ может быть использован при подготовке проб для определения колориметрическим методом содержания меди в животных жир.

При высоком содержании токсичных металлов в мясе и продуктах убоя животных их присутствие можно обнаружить при проведении с минерализатом несложных качественных цветных или других специфических реакций.

Методы качественного обнаружения свинца в минерализате основаны на его растворении в ацетате аммония с последующей постановкой цветной реакции с дитизоном или микрокристаллоскопических реакций.

Метод выявления меди основан на экстрагировании ее из минерализата хлороформом в виде диэтилдитиокарбамината меди, последующего вытеснения из этого соединения в водный слой ртутью, где она и обнаруживается соответствующими цветными реакциями.

Метод обнаружения цинка основан на экстракции цинка из минерализата хлороформом, связывании ионов кадмия и меди (мешающих обнаружению цинка) тиосульфатом натрия или мочевиной, образовании окрашенного соединения цинка с дитизоном — дитизоната цинка.

Нефелометрический оптический метод исследования дисперсных систем растворов связан с рассеянием света частицами дисперсной фазы, который зависит от длины волны излучения, размера и формы рассеивающих частиц и иногда от их расположения в пространстве. Количественное определение свинца нефелометрическим методом основано на получении сульфата свинца, растворении его в ацетате аммония и последующем взаимодействии с хроматом калия, сопровождающемся образованием малорастворимого в воде хромата свинца PbCrO₄.

Практическое значение имеют различные колориметрические методы определения токсичных элементов.

Фотоколориметрический метод определения меди в мясе и мясных продуктах основан на минерализации пробы и последующем измерении интенсивности окраски раствора соответствующего комплексного соединения: меди — с диэтилдитиокарбаматом натрия (желтого цвета).

Минимальная масса меди в колориметрируемом объекте, определяемая фотоколориметрическим методом, составляет 5 мкг.

Подготовка проб. Состоит в тщательном измельчении навески исследуемого сырья или продукта массой 100—250 г и последующей минерализации.

Рекомендуемая масса навески для качественного обнаружения токсичных элементов 100 г.

Рекомендуемые массы навесок образцов продуктов для количественного определения меди колориметрическим методом составляют (г): зерно и продукты переработки зерна - 5-15, мясо крупного рогатого скота - 5-25, печень, почки и другие внутренние органы - 5-10, консервы мясные и мясорастительные - 5-25, желатин - 10, яйцо, меланж - 10, яичный порошок - 10, животные жиры - 40.

1. Реакции качественного обнаружения токсичных элементов

1.1. Минерализация проб

Материалы, реактивы и оборудование. Колба Кьельдаля вместимостью 500 см³; лабораторный штатив; электроплитка или газовая горелка; ступка; фарфоровая луночка; пинцет, ножницы; делительная воронка; стакан вместимостью 200 см³; мерная колба вместимостью 200 см³; мерный цилиндр вместимостью 100 см³; пипетка; бумажный фильтр; концентрированные серная и азотная кислоты; разбавленная азотная кислота (1 : 1); формалин; раствор хлорной кислоты массовой долей 42 %; раствор дифениламина в серной кислоте (0,5 г дифениламина растворяют в смеси, состоящей из 100 частей х. ч. концентрированной серной кислоты и 20 частей дистиллированной воды).

Порядок проведения анализа. Навеску исследуемого материала массой 100 г тщательно измельчают в ступке, помещают в колбу Кьельдаля и приливают по 25 см³ дистиллированной воды, концентрированных азотной и серной кислот (можно заранее приготовить смесь из этих ингредиентов и прилить сразу 75 см³). Для ускорения минерализации добавляют 25 см³ раствора хлорной кислоты массовой долей 42 %. При отсутствии хлорной кислоты минерализацию можно проводить и без нее. Колбу закрепляют в лабораторном штативе в вертикальном положении, над ней фиксируют делительную воронку с разбавленной азотной кислотой (1:1). После прекращения вспенивания колбу нагревают на газовой горелке или плитке (при постепенном усилении нагревания) до начала потемнения жидкости. Затем при постоянном нагревании по каплям добавляют разбавленную азотную кислоту, пока содержимое колбы не станет бесцветным и не будет изменяться по цвету при добавлении HNO₃. После этого продолжают нагревание без добавления HNO₃ до появления белых паров SO₂. Далее колбу охлаждают и ее содержимое переносят в стакан вместимостью 200 см³, несколько раз сполоснув водой.

Наличие оксидов азота в минерализате, мешающих дальнейшему исследованию, определяют при помощи раствора дифениламина в серной кислоте. В фарфоровой луночке каплю минерализата смешивают с раствором дифениламина. В присутствии оксидов азота появляется синее окрашивание, которое исчезает при добавлении формалина. К нагретому до кипения минерализату по

каплям приливают формалин до прекращения выделения пузырьков газа. Окончание денитрации определяют пробой с дифениламином. Остатки формалина удаляют нагреванием жидкости в течение 5—10 мин. Остывшую жидкость разбавляют водой до 180—190 см³ и оставляют на 18—20 ч при комнатной температуре. Свинец и барий в виде сульфатов выпадают в осадок. Его отфильтровывают на бумажном фильтре. Фильтрат в мерной колбе доводят водой до 200 см³ и исследуют на содержание токсичных элементов (медь, цинк, мышьяк и др.).

При небольшой массе исследуемого материала можно брать 25 или 50 г, соответственно уменьшив объем реактивов, используемых для минерализации.

1.2. Определение свинца

Материалы, реактивы и оборудование. Бумажный фильтр с осадком, полученным после фильтрования минерализата; микроскоп; спиртовка; колба; пробирки; предметные стекла; глазные пипетки; раствор ацетата аммония (насыщенный раствор ацетата аммония разбавляют равным объемом воды и на 1 дм³ раствора добавляют 30 см³ ледяной уксусной кислоты); раствор серной кислоты молярной концентрацией 0,81 моль/дм³; раствор дитизона в хлороформе массовой долей 0,01 %; раствор уксусной кислоты массовой долей 30 %; хлорид цезия; иодид-калия; нитрит калия; раствор ацетата меди массовой долей 1 %.

Порядок проведения анализа. Бумажный фильтр с осадком, полученным после фильтрования минерализата, промывают 15-20 см³ раствора H₂SO₄ молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, а затем 10 см³ воды (жидкость не собирают). Осадок на фильтре обрабатывают кипящим раствором ацетата аммония (от 0,5 до 10 см³ в зависимости от массы осадка). Сульфат свинца растворяется и переходит в фильтрат, который собирают в пробирку.

Реакция с дитизоном. В пробирке смешивают встряхиванием 1—2 см³ фильтрата с равным объемом раствора дитизона в хлороформе массовой долей 0,01 %. При наличии свинца (рН 7—10) слой органического растворителя окрашивается в пурпурно-красный цвет.

Микрористаллические реакции. По 0,5 см³ фильтрата распределяют на двух предметных стеклах и упаривают на пламени спиртовки.

1. К остатку добавляют 2—3 капли раствора уксусной кислоты массовой долей 30%. С одной стороны капли вносят 2—3 кристаллика хлорида цезия, а с другой — несколько кристаллов иодида калия. При наличии свинца через несколько минут под малым увеличением микроскопа обнаруживают желто-зеленые игольчатые кристаллы, часто собранные в пучки и сфероиды.

2. К остатку прибавляют 1—2 капли раствора ацетата меди массовой долей 1 %, упаривают досуха и наносят 2—3 капли раствора уксусной кислоты массовой долей 30 %. На край капли помещают несколько кристаллов нитрита калия. При наличии свинца через несколько минут под микроскопом выявляются черные или коричневые кристаллы в виде кубов.

1.3. Определение меди

Материалы, реактивы и оборудование. Фильтрат минерализата (после отделения сульфатов цинка и бария); лабораторный штатив; делительная воронка; колба; пробирки; раствор гидроксида аммония NH_4OH массовой долей 25 %, тетрарода-номеркурат аммония (5 г хлорида ртути и 5 г роданида аммония растворяют в 6 см³ воды); спиртовой раствор 2,4-динитро-фенола массовой долей 1 % (индикатор); раствор ферроцианида калия массовой долей 5 %; раствор хлорида кадмия массовой долей 2 %; раствор соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм³; раствор хлорида ртути HgCl_2 массовой долей 1 %; хлороформный раствор диэтилдитиокарбамата свинца Pb (ДДТК)₂; хлороформ, сульфат цинка.

Порядок проведения анализа. В делительную воронку помещают 10 см³ минерализата, прибавляют несколько капель спиртового раствора 2,4-динитрофенола массовой долей 1 % и по каплям раствор гидроксида аммония массовой долей 25 % до появления желтого окрашивания. Приливают 5 см³ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамата свинца и энергично встряхивают. Хлороформный слой окрашивается от желтого до коричневого цвета (возможно, за счет естественного содержания меди в мясе и органах). Хлороформный экстракт промывают раствором соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм³, а затем дистиллированной водой. Добавляют к нему по каплям (периодически встряхивая) раствор хлорида ртути (0,5—1 см³) массовой долей 1 % до обесцвечивания. Приливают 0,5—1 см³ воды, встряхивают и отделяют водный слой. Делят его на две равные части, переносят в пробирки и проводят две реакции.

В первую пробирку добавляют 0,2 г сульфата цинка и несколько капель раствора тетрароданомеркурата аммония. При наличии меди осадок окрашивается в розово-лиловый цвет.

Во вторую пробирку вносят 10 капель раствора хлорида кадмия массовой долей 2 % и 1—2 капли раствора ферроцианида калия массовой долей 5 %. При наличии меди осадок окрашивается в лиловый цвет.

1.4. Определение цинка

Материалы, реактивы и оборудование. Универсальная индикаторная бумага; насыщенный раствор тиомочевины или насыщенный раствор тиосульфата натрия; ацетатный буфер (смесь 4,2 г ацетата натрия и 3,2 г уксусной кислоты, доведенная до 1 дм³ дистиллированной водой); раствор дитизона в хлороформе массовой долей 0,01 %; хлороформ; раствор гидроксида калия (или натрия) массовой долей 10%.

Порядок проведения анализа. В пробирку вносят 0,5 см³ минерализата, прибавляют 0,25 см³ насыщенного раствора тиосульфата натрия (или тиомочевины) для связывания ионов кадмия, по каплям добавляют раствор гидроксида калия массовой долей 10 % до рН смеси 5,0—5,5 (рН устанавливают по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 1 см³ ацетатного буфера, 2—3 капли раствора дитизона в хлороформе массовой долей 0,01 % и 1 см³ хлороформа.

Смесь энергично встряхивают. При наличии цинка в смеси зеленый цвет хлороформного слоя переходит в розовый или красно-фиолетовый (в зависимости от его количества).

2. Количественное определение свинца нефелометрическим методом

Материалы, реактивы и оборудование. Нефелометр или фотоэлектроколориметр любой марки с толщиной рабочего слоя 3 см, светофильтром = 490 нм; центрифуга; электропечь; весы технические; прибор Чижовой; фарфоровый тигель диаметром 3 см; колориметрические пробирки; градуированные пипетки вместимостью 5 и 10 см³; водный раствор ацетата аммония массовой долей 3%; серная кислота, разбавленная 1:1 ($\rho = 1,62$ г/см³); водный раствор хромата калия массовой долей 1%.

Порядок проведения анализа. Сухая минерализация проб для определения содержания свинца нефелометрическим методом имеет некоторые особенности.

Взвешивают навеску мяса массой 5,00 г, удаляют влагу на приборе Чижовой, переносят навеску в тигель, добавляют 2 см³ раствора H₂SO₄ и помещают в электропечь, температуру которой повышают до 500-550 °С. Навеску озольют до образования золы белого цвета.

Тигель после сухой минерализации пробы вынимают из печи, остывшую золу обрабатывают 12 см³ раствора ацетата аммония массовой долей 3%. Содержимое тигля переносят в пробирку с оттянутым конусом и центрифугируют. Затем отбирают 10 см³ раствора в колориметрическую пробирку, добавляют 1 см³ раствора K₂CrO₄ массовой долей 1%, взбалтывают и измеряют оптическую плотность мутных растворов. По калибровочному графику находят массу свинца в пробе m₁ (мг).

Содержание (мг%) свинца в мясе и мясопродуктах рассчитывают по формуле:

$$X = (m_1 / m) \cdot 100, \quad (4)$$

где m₁ - масса свинца, найденная по калибровочному графику, мг; m - масса навески мяса, г.

3. Количественное определение токсичных элементов колориметрическими методами

3.1. Минерализация проб

3.1.1. Способ сухой минерализации

Материалы, реактивы и оборудование. Вода дистиллированная; вода бидистиллированная или деионизированная; растворы азотной (1:1), соляной (1:1), серной (1:1) и уксусной кислот (1:19) по объему; этанол ректифицированный; чаши или тигли кварцевые вместимостью 50, 100, 250 см³ или чашки (тигли) фарфоровые № 2-4; пипетки; стакан вместимостью 1000см³; стекла часо-

вые; весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г (для взятия навесок массой меньше 10г) и 500 г или 1кг (для взятия навесок массой 10 г и более); шкаф сушильный лабораторный; электропечь сопротивления камерная лабораторная; лампа инфракрасная мощностью 250 или 500 Вт; щипцы тигельные; электроплитка бытовая или горелка газовая; баня водяная.

Порядок проведения анализа. В чашу (чашку, тигель) берут навеску продукта из подготовленной к испытаниям пробы. Значения массы навески приведены в разделе "Подготовка проб".

Чашу с навеской помещают на водяную баню при температуре кипения, или в сушильный шкаф (доводя его температуру до 150 °С), или на электроплитку и удаляют влагу. Затем осторожно обугливают содержимое чаши на газовой горелке или электроплитке до прекращения выделения дыма, не допуская сильного воспламенения и выбросов. Чашу помещают в электропечь, нагретую до 250 °С.

Для интенсификации процесса обугливания рекомендуется:

а) нагревать чашу с навеской продукта, одновременно используя инфракрасную лампу;

б) добавить в чашу с навеской этанол из расчета 5 см³ на 1 г сухого вещества, закрыть часовым стеклом, выдержать 24-48ч, а затем проводить обугливание;

в) для продуктов, содержащих 20-60 % жира, в навеску добавить раствор азотной кислоты (1:1) из расчета 1-1,5 см³ на каждые 10 г навески, выдержать 15 мин, а затем проводить обугливание.

После окончания обугливания минерализацию проб проводят в электропечи, постепенно (на 50 °С через каждые 30 мин) повышая температуру до 450 °С. Минерализацию продолжают при этой температуре до получения серой золы.

Чашу с золой вынимают из электропечи через 10-15 ч озоления, охлаждают до комнатной температуры и смачивают содержимое по каплям минимальным объемом раствора азотной кислоты.

Кислоту выпаривают досуха на водяной бане с последующей выдержкой в сушильном шкафу при температуре до 140 °С, либо под инфракрасной лампой, либо на электроплитке со слабым нагревом. После охлаждения чашку с навеской снова помещают в охлажденную электропечь. Постепенно доводят температуру до 300 °С и выдерживают в течение 0,5 ч. Указанный цикл повторяют несколько раз. Минерализацию считают законченной, если зола станет белого или слегка окрашенного цвета, без обугленных частиц. При наличии обугленных частиц повторяют обработку золы раствором азотной кислоты или водой.

Параллельно в двух чашках проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты.

3.1.2. Способ мокрой минерализации

Материалы, реактивы и оборудование. Весы лабораторные общего назначения с пределом взвешивания 200 г, 500 г или 1 кг, электроплитка бытовая

или горелка газовая; штатив химический; баня водяная; колбы Кьельдаля или плоскодонные вместимостью 250 см³; стаканы вместимостью 50 см³; цилиндры вместимостью 5 - 50 см³; воронки; пипетки; колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³; колбы конические; шарики стеклянные (для обеспечения равномерности кипения); фильтры обеззоленные диаметром 11 см; кислота азотная, х. ч., концентрированная и ее раствор (1:5 по объему); кислота серная концентрированная; кислота соляная, х.ч. и ее раствор концентрацией 10 г/дм³; кислота хлорная концентрированная и ее раствор концентрацией 570 г/дм³; перекись водорода; сульфат гидразина.

Порядок проведения анализа. Навеску подготовленной к выполнению анализа твердой или пастообразной пробы массой 1г берут на обеззоленный фильтр, заворачивают в него и стеклянной палочкой помещают на дно колбы Кьельдаля или плоскодонной колбы.

Навеску сухих продуктов (желатин, сухие яичные продукты) помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 15 см³ воды, перемешивают. Желатин затем оставляют на 1 ч для набухания.

В колбу с пробой продукта, подготовленной к минерализации, вносят азотную кислоту из расчета 10 см³ на каждые 5 г продукта и выдерживают не менее 15 мин. Затем в колбу вносят 2- 3 стеклянных шарика для равномерности кипения, закрывают грушевидной стеклянной пробкой и начинают нагревать на электроплитке, постепенно увеличивая нагрев и упаривая содержимое колбы до объема 3- 5 см³.

Колбу охлаждают, вносят 10см³ азотной кислоты, содержимое упаривают до объема 5 см³, после чего снова охлаждают. Процедуру повторяют 2- 4 раза.

В колбу вносят по 10 см³ азотной кислоты, 5 см³ серной кислоты, 4 см³ хлорной кислоты (или вместо хлорной кислоты 4 см³ перекись водорода) из расчета на каждые 5 г пробы. Изменять последовательность внесения кислот не допускается. Хлорную кислоту всегда добавляют последней. Содержимое колбы упаривают до объема около 5 см³, не допуская окрашивания жидкости в коричневый цвет. При появлении коричневой окраски нагревание прекращают.

Колбу охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 см³ азотной кислоты и 2 см³ хлорной кислоты (или вместо хлорной кислоты 2 см³ перекись водорода) и снова нагревают до появления белых паров серного ангидрида. Если при этом раствор не обесцветился, процедуру повторяют. Минерализацию считают законченной, если раствор после охлаждения остается бесцветным.

Для удаления остатков кислот в охлажденную колбу добавляют 10 см³ воды и кипятят 10 мин с момента выделения белых паров, затем охлаждают. Добавление воды и нагревание повторяют еще два раза. Если при этом образуется осадок, в колбу вносят 20 см³ воды, 2 см³ серной кислоты и 5 см³ соляной кислоты. Полученную смесь кипятят до растворения осадка, постоянно пополняя испаряющуюся воду. Минерализат после охлаждения используют для анализа без разбавления или количественно переносят водой в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Кислотная минерализация проб пищевых жиров для определения содержания меди имеет следующие особенности. Пробу продукта в колбе Кьельдаля,

подготовленную к минерализации, нагревают 7—8 ч на электроплитке до образования вязкой массы, охлаждают, добавляют 25 см³ азотной кислоты и вновь осторожно нагревают, избегая бурного вспенивания. После прекращения вспенивания колбу с содержимым охлаждают, добавляют еще по 25 см³ азотной и 12 см³ хлорной кислоты и нагревают до получения бесцветной жидкости. Если в процессе нагревания жидкость темнеет, к ней периодически добавляют по 5 см³ азотной кислоты и продолжают процесс до завершения минерализации. Минерализацию считают законченной, если раствор после охлаждения остается бесцветным.

Для удаления остатков кислот в охлажденную колбу добавляют 10 см³ воды и кипятят 10 мин с момента выделения белых паров, затем охлаждают. Добавление воды и нагревание повторяют еще два раза. Если при этом образуется осадок, в колбу вносят 20 см³ воды, 2 см³ серной кислоты и 5 см³ соляной кислоты. Полученную смесь кипятят до растворения осадка, постоянно пополняя испаряющуюся воду. Минерализат после охлаждения используют для анализа без разбавления или количественно переносят водой в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

3.1.3. Способ кислотной экстракции (неполной минерализации)

Материалы, реактивы и оборудование. См. п. 3.1.2, а также колбы конические вместимостью 250 см³; воздушный холодильник; делительная воронка; азотная кислота концентрированная, х. ч. и ее раствор (1:2 по объему).

Порядок проведения анализа. В термостойкую колбу с навеской продукта 1 г вносят цилиндром 40 см³ раствора соляной кислоты (1:1 по объему).

В колбу добавляют несколько стеклянных шариков, присоединяют к ней холодильник, помещают на электроплитку, покрытую асбестом, и кипятят в течение 1,5 ч с момента закипания. Затем содержимое колбы медленно охлаждают до комнатной температуры, не вынимая холодильника.

Колбу с экстракционной смесью (жир с кислотой) помещают в холодную водяную баню. Затвердевший жир прокалывают стеклянной палочкой, водный слой фильтруют через фильтр, смоченный раствором кислоты, используемой для экстракции, в сосуд, выбор которого определяется дальнейшим ходом анализа и зависит от определяемого элемента (реакционную колбу, колбу Кьельдаля, кварцевую или фарфоровую чашу). Оставшийся в колбе жир расплавляют на водяной бане, добавляют 10 см³ раствора используемой кислоты, встряхивают и охлаждают. После охлаждения жир прокалывают и промывную жидкость сливают в тот же сосуд через тот же фильтр. Затем фильтр промывают 5—7 см³ воды.

В случае подготовки экстрактов к *колориметрическому определению содержания меди* экстракционную смесь фильтруют в колбу Кьельдаля. При использовании для экстракции раствора азотной кислоты содержимое колбы упаривают на электроплитке до объема 5—7 см³, колбу охлаждают, добавляют 1 см³ хлорной кислоты и кипятят до получения бесцветного или слабоокрашенного раствора.

При использовании для экстракции раствора соляной кислоты в колбу вносят 5 см³ азотной кислоты, упаривают на электроплитке до объема 5—7 см³, колбу охлаждают, добавляют 4 см³ азотной кислоты и 1 см³ хлорной кислоты и кипятят до получения бесцветного или слабоокрашенного раствора.

При определении меди в растительных маслах и маргарине экстракты не обрабатывают.

Для удаления остатков кислот в охлажденную колбу с экстракционной смесью добавляют 10 см³ воды и кипятят 10 мин, а затем охлаждают. Добавление воды и нагревание повторяют еще два раза. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

3.2. Определение меди с диэтилдитиокарбаматом натрия

Материалы, реактивы и оборудование. Весы лабораторные, баня водяная, фотоэлектроколориметр, часы песочные, штатив химический, воронки делительные, колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 см³, пипетки, палочки стеклянные, стаканы, цилиндры, мерные вместимостью 250 и 500 см³, эксикатор; вода дистиллированная; разбавленный раствор аммиака (2:3 по объему), цитрат аммония, разбавленная соляная кислота (1:1 по объему), раствор диэтилдитиокарбамата натрия концентрацией 10 г/дм³ (хранят не более 7 сут в посуде из темного стекла), хлороформ или четыреххлористый углерод, трилон Б, этанол, раствор фенолфталеина в этаноле концентрацией 10 г/дм³, фильтры обеззоленные, смешанный раствор трилона Б и цитрата аммония.

Порядок проведения анализа. Зола, приготовленную сухой минерализацией, растворяют в 5 см³ разбавленной (1:1 по объему) соляной кислоты, нагревая на водяной бане при температуре кипения.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, большем чем 40 мкг, его количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки; при ожидаемом содержании меди в растворе золы, меньшем 40 мкг, раствор золы используют для последующего испытания целиком, без дополнительного разведения.

Раствор, полученный в результате мокрой минерализации (см. 3.1.2) или кислотной экстракции (см. 3.1.3), используют для проведения испытания без дополнительной обработки.

В каждую делительную воронку вносят 10 см³ смешанного раствора цитрата аммония и трилона Б, две капли раствора фенолфталеина, раствор перемешивают, нейтрализуют, добавляя по каплям раствор аммиака до появления окраски, охлаждают и объем доводят дистиллированной водой до 100 см³. Затем в делительные воронки вводят 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия концентрацией 10 г/дм³ и 15 см³ растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют в покое до разделения слоев. Нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. В делительные воронки вливают 10 см³ растворителя, встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают в

ту же мерную колбу. В случае необходимости объем раствора в колбе доводят до метки с помощью растворителя и перемешивают. Контрольный раствор готовят аналогично, без введения раствора меди. Содержимое колб с растворами сравнения и контрольным раствором фильтруют через сухой бумажный фильтр в кюветы. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при λ_{max} или на спектрофотометре при длине волны $\lambda_{\text{max}} = (440 \pm 5)$ в кюветах с расстоянием между гранями соответственно 20 и 10 мм. При анализе жировых продуктов расстояние между гранями кювет должно быть соответственно 50 и 20 мм.

При определении меди в растворах с ожидаемым содержанием в них меди, большим 40 мкг, в делительную воронку вместимостью 250 см³ вносят aliquотный объем испытуемого раствора, содержащий от 10 до 40 мкг меди, и добавляют реактивы в той же последовательности, что и в раствор сравнения; при определении меди в растворах с ожидаемым содержанием в них меди, меньшим 40 мкг, содержимое колбы Кьельдаля или чашки с раствором золы количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³ с помощью дистиллированной воды

Контрольный раствор готовят из контрольной пробы аналогично. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на колориметре.

По полученному значению оптической плотности с помощью калибровочного графика находят массу меди.

Содержание меди X_1 (мг/кг) или массовую концентрацию X_2 (мг/дм³) при анализе растворов с использованием объема, взятого для анализа, вычисляют по формулам:

$$X_1 = m_1 \cdot 50 / V_1 \cdot m, \quad (5)$$

$$X_2 = m_1 \cdot 50 / V_1 \cdot V, \quad (6)$$

где m_1 - масса меди, найденная по калибровочному графику, мкг; 50 - общий объем минерализата, см³; V_1 - объем минерализата, взятый для анализа, см³; m - масса навески продукта, взятой для минерализации, г; V - объем продукта, взятый для минерализации, см³.

Содержание меди X_3 (мг/кг) или массовую концентрацию X_4 (мг/дм³) в анализе с использованием всей минерализованной пробы вычисляют по формулам:

$$X_3 = m_1 / m, \quad (7)$$

$$X_4 = m_1 / V, \quad (8)$$

где m_1 - масса меди, найденная по калибровочному графику, мкг; m - масса навески продукта, взятой для минерализации, г; V - объем продукта, взятый для минерализации, см³.

Полученные результаты сводят в таблицу результатов 4.

Анализируют, дают оценку мяса и мясных продуктов по содержанию токсичных элементов. При исследовании вторичных продуктов убоя делают

вывод о преимущественной локализации токсичных элементов в органах и тканях убойных животных. При этом указывают используемый метод определения.

Таблица 4

Наименование и краткая характеристика образцов	Содержание токсичных элементов, мг/кг					
	Pb		Cu		Zn	
	ПДК	Фактическое	ПДК	Фактическое	ПДК	Фактическое
Говядина						
Свинина						
Баранина						
Мясо птицы						
Зерно и продукты его переработки						
Овощные культуры						

Вопросы для самоконтроля

1. Допустимые уровни содержания токсичных элементов в муке, зерне, хлебе, мяса говядины, баранины, свинины и птицы.
2. Назовите этапы общей схемы анализа.
3. От чего зависит содержание токсичных элементов в продуктах переработки зерна ?
4. Как готовится проба?
5. Как определяется концентрация тяжелых металлов нефелометрически оптически методом ?

Лабораторная работа 3

ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Цель работы: Ознакомление с методами исследования воды. Исследование качества воды.

Материальное оснащение: Цилиндр на 100 мл, термометр, пробирки, колба с притертой пробкой, колба коническая, пипетка, трилон Б, аммиачно – буферная смесь, эриохром черный, метилоранж, раствор HCl, H₂O₂.

Общие сведения

В зависимости от требований к воде, предъявляемых различными потребителями, ее классифицируют по целевым назначениям:

1. Питьевая вода, а также вода, идущая для пищевой и бродильной промышленности;
2. Охлажденная вода (охлаждение элементов конструкций, охлаждение жидких и газообразных продуктов в холодильниках);
3. Вода, используемая в паросиловом хозяйстве;
4. Вода, идущая для технических целей, используемая на некоторых этапах производства продукции.
5. Поливные воды.

В зависимости от целевого назначения воды ее физические, химические и бактериологические показатели должны отвечать определенным требованиям.

Определение органолептических показателей воды. Для этого воду наливают в пробирку из бесцветного стекла и на фоне белого листа бумаги при дневном свете рассматривают сверху и сбоку. Оценивают цвет или оттенки. При отсутствии окраски вода считается бесцветной.

Вода не должна иметь запах. Из – за жизнедеятельности микроорганизмов и различных примесей, вода может приобрести тот или иной запах (болотный, землистый, гнилостный, рыбный). Запах оценивают по пятибалльной шкале, представленной в табл. 5.

Таблица 5

Запах	Интенсивность	Оценка в баллах
Отсутствует	Не ощущается	0
Очень слабый	Обнаруживается с трудом	1
Слабый	Обнаруживается	2
Заметный	Легко обнаруживается	3
Отчетливый	Вода, не пригодная для питья	4
Очень сильный	Вода, не пригодная для питья	5

Воду наливают в колбу с притертой пробкой на 2/3 объема, сильно встряхивают в закрытом виде, затем открывают пробку и отмечают интенсивность запаха.

Вода должна иметь приятный вкус. Загрязненную воду пробовать нельзя. Затем определяют прозрачность воды и мутность воды. При определении мутности берут 500 – 1000 мл и фильтруют. Затем фильтр сушат при температуре 105 °С в течение 1,5 – 2,0 часов и определяют количество взвешенных веществ.

Плотность воды определяют ареометром. Пробу налить в цилиндр объемом 100 мл и провести замеры ареометром.

Определение величины рН. Величина рН является важным показателем сточных вод, позволяет судить о характере их загрязнения и оценивать эффективность применяемых способов очистки. Степень аэрации воды – разность между скоростью поглощения водой кислорода и его утилизацией.

Величину рН измеряют индикаторной бумагой или потенциометрическим методом на потенциометре по ГОСТ.

Определение общего содержания примесей. Метод основан на выпаривании определенного объема отборной пробы и высушивании остатка до постоянной массы.

Порядок выполнения работы

В предварительно прокаленную и взвешенную чашку переносят 100 мл тщательно перемешанной не фильтрованной сточной воды и содержимое выпаривают на водяной бане досуха. После этого чашки с остатком сушат при 105 °С до постоянного веса, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Общее содержание примесей вычисляют по формуле:

$$X = (M_1 - M) 10 V \quad (9)$$

где **X**- содержание примесей, мг/л; **M₁** – масса чашки с высушенным остатком, кг; **M** – масса чашки, г; 10 пересчет в миллиграммы на литр; **V**- объем пробы, взятой для определения, мл.

Определение оседающих и всплывающих веществ. В составе грубодисперсных примесей сточных вод мясокомбинатов содержатся легко оседающие и всплывающие вещества. В производствах в большом количестве используют моющие средства, обладающие способностью вспениваться. Установлено, что даже незначительное количество примесей оказывает влияние на эффективность систем очистки сточных вод.

Метод основан на определении объема осадка, выпавшего или всплывающего в пробе в течение определенного времени.

Порядок выполнения работы

Тщательно перемешав анализируемую сточную воду, ее переносят в сосуд Лысенко (градуированный цилиндр), наливая до верхней метки, еще раз перемешивают и через определенные промежутки времени (5, 10, 30, 60, 90 и 120 мин) отмечают объем, занимаемый осевшими частицами. Через 27 мин от

начала отстаивания и за 3 мин до отсчета при всех последующих измерениях сосуд осторожно 3 раза поворачивают таким образом, чтобы жидкость сделал слабое вращательное движение, которое вызывает сползание осадка, осевшего на стенках сосуда. Результаты измерения выражают в миллиметрах на 2 л или в процентах к объему, взятому для определения сточной воды.

При определении всплывающих веществ тщательно перемешанную пробу сточной воды наливают в мерную колбу либо в сосуд Лысенко. В последнем случае заполненный доверху сосуд закрывают хорошо притертой пробкой, вниз пробкой. Объем всплывших частиц отмечают таким же образом, как и оседающих. Учитывая специфику сточных вод мясокомбинатов, время наблюдения составляет 30 мин.

Химические исследования воды ведутся по следующим показателям: определение общей, устранимой и остаточной жесткости, определение ионов железа.

При определении общей жесткости воды в коническую колбу нужно отмерить пипеткой количество исследуемой воды. Добавить 5 мл аммонийной буферной смеси, 5- 8 капель ариохрома черного и титровать трилоном Б до перехода вишневокрасного цвета в синий. Общую жесткость воды определяют по формуле:

$$Ж_0 = Y_1 \cdot N / Y_2 \cdot 1000 \quad (10)$$

где: $Ж_0$ - общая жесткость воды, мг – экв/л;

Y_1 – объем рабочего раствора трилона Б на титрование пробы воды, мл;

N – нормальность рабочего раствора трилона Б;

Y_2 – объем пробы воды, мл.

Определение устранимой и остаточной жесткости основано на сравнении величин карбонатной жесткости в пробе воды до и после кипячения. Устранимую жесткость находят по разности между карбонатной и остаточной жесткостью.

В коническую колбу на 250 мл нужно отмерить пипеткой 100 мл исследуемой воды. Оттитровать 0,1 н соляной кислотой в присутствии 2 -3 капель метилоранжа до перехода желтой окраски в оранжевую.

Колбу ополоснуть дистиллированной водой и снова отмерить 100 мл воды. Закрыть колбу и кипятить 1 час. При кипячении образуется остаток карбоната кальция. После охлаждения профильтровать кипяченую воду через фильтр в чистую сухую колбу и внести 2-3 капли метилоранжа. Оттитровать соляной кислотой до оранжевого цвета.

Остаточная жесткость определяется по формуле:

$$Ж_{ост.} = Y_2 \cdot N / Y_3 \cdot 1000, \quad (11)$$

где $Ж_{ост.}$ – остаточная жесткость воды в мг – экв /л;

Y_2 – объем рабочего раствора HCl на титрование пробы воды после кипячения, мл;

N – нормальность рабочего раствора HCl;

Y_3 – объем пробы воды, мл.

Устраняемая жесткость определяется по формуле:

$$Ж_{устр.} = (Y_1 - Y_2) / Y_3 \cdot 100 ; \quad (12)$$

$$Ж_{ост.} = Y_2 \cdot N / Y_3 \cdot 1000, \quad (13)$$

где $Ж_{устр.}$ – устраняемая жесткость воды в мг – экв /л;

Y_1 – объем рабочего раствора HCl, пошедшее на титрование пробы воды до кипячения, мл;

Определение ионов железа. При определении ионов железа в химический стакан объемом 100 мл отмерить 50 мл анализируемой воды и добавить 10 – 15 капель 3% перекиси водорода. Окисленную пробу переливают в цилиндр для колориметрирования объемом 50 мл дистиллированной воды и такое же количество окисленной воды окислителя. В оба цилиндра добавляют по 2 мл концентрированной HCl и по 1 мл раствора роданид калия. При чистых реактивах, содержащих железо, в цилиндре с анализируемой водой при наличии железа развивается красная краска, интенсивность которой зависит от его содержания. Содержание ионов железа определяется визуально.

Дать краткий анализ экспериментальных данных в виде таблицы и сделать выводы письменно.

про бы	Показатели									
	запах	цвет	вкус	плотность	pH	Общ. со- держи- мым приме- сей	Кол-во оседаю- щих ве- ществ, гр.	Устране- ние, мг – экв/ л	Опреде- ление ионов железа	Опреде- ление об- щей жест- кости мг- экв/л
№ 1										
№2										
№3										
№4										

Вопросы для самоконтроля

1. Требование к воде, используемой на технологические и питьевые цели.
2. Органолептические показатели воды
3. Определение общей, устранимой и остаточной жесткости.
4. Способы устранения жесткости воды.

Литература

1. Закревский В.В. Безопасность пищевых продуктов и биологически активных добавок к пище: практическое руководство по санитарно-эпидемиологическому надзору. – СПб.: ГИОРД, 2004. – 280 с.
2. Донченко Л.В., Надыкта В.Д. Безопасность пищевой продукции: учеб. для вузов по спец. «Технология пр-ва и переработки с.-х. продукции». – М.: Пищепромиздат, 2001. – 52 с.
3. Пищевая химия / А.П.Нечаев, С.Е.Траубенберг, А.А.Кочеткова и др.; под ред. А.П. Нечаева. Издание 3-е; перераб. – СПб.: ГИОРД, 2004. – 640 с.
4. Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов, санитарно – эпидемиологические правила и нормативы Сан-ПиН 2.3.2.560 – 96.