

"УТВЕРЖДАЮ"

Директор ЦММИ

ГП "ВНИИФТРИ"

_____ В.П.Ярына

" ____ " _____ 20 ____ г.

М Е Т О Д И К И

**ускоренного радиохимического приготовления
счетных образцов проб продовольствия для определения
активности р/н Cs-137 и Sr-90 на гамма-, бета-спектрометрах
комплекса "Прогресс"**

Авторы Методики:

И.И. Макаренкова ГНЦ РФ Биофизика

А.П.Ермилов ЦММИ ГП ВНИИФТРИ

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Цель методик.

Целью методик является получение в течение 1,5-2,5 часов счетных образцов проб продовольствия для измерения активности р/н Cs-137 и Sr-90 на гамма- и бета-спектрометрах комплекса "Прогресс".

1.2. Сущность метода.

В основу метода приготовления счетных образцов для измерения активности р/н Cs-137 и Sr-90=Y-90 в пищевых продуктах положена способность феррицианида цинка и оксалата кальция соосаждать Cs-137 и Sr-90=Y-90 соответственно.

Все пищевые продукты животного или растительного происхождения состоят в основном из одних и тех же веществ, но в различных количественных соотношениях. По химическому составу эти соединения подразделяют на неорганические – вода и минеральные вещества – и органические, к которым относят белки, жиры и углеводы.

Р/н Cs-137 и Sr-90=Y-90 присутствуют в продуктах не в свободном состоянии, а связаны с биологическими молекулами. Для высвобождения их в раствор, где р/н становятся доступными для взаимодействия с феррицианидом цинка и оксалат-ионами, необходимо разрушить связи с биологическими молекулами. Разрушить связи можно или окисляя органическое вещество до углекислого газа и воды, или химической деструкцией сложных биологических молекул до элементарных составляющих. В первом случае результат достигается озонированием продуктов в течение 4-6 часов в зависимости от вида продукта, второй путь занимает не более полутора часов независимо от типа продукта и основывается на действии кислоты или щелочи на сложные биологические структуры с целью высвобождения р/н Cs-137 и Sr-90=Y-90 в раствор.

Каждый тип продукта характеризуется вполне определенным видом белков, жиров и углеводов. Но, несмотря на специфичность каждого вида этих соединений, они имеют общие свойства, определяющиеся их химической структурой.

Белки, жиры и углеводы – сложные вещества, состоящие из более простых молекул. Молекулярной основой белков являются аминокислоты, соединенные между собой в полипептидную цепь, которая при включении различных минеральных веществ способна самоорганизовываться в присущую только данному виду белка пространственную структуру. Молекулы углеводов представляют собой полимерную цепочку, основой которой служат сахара, преимущественно глюкоза и фруктоза, соединенные гликозидной связью в полисахариды. Третий класс биологических соединений – жиры, представляют собой так называемые триглицериды – сложные эфиры глицерина и жирных кислот.

Связывание цезия, стронция и других минеральных веществ в продуктах питания происходит на стадии биосинтеза. Поскольку ферменты, принимающие участие в этом процессе, по-видимому, не способны отличить натрий, калий и кальций от аналогичных им по своим свойствам р/н Cs-137 и Sr-90, то эти нуклиды также могут включаться на стадии биосинтеза в такие биологические структуры, как белки и углеводы. В жирах присоединение минеральных веществ возможно к фосфатным группам определенного типа жира, например, яичного жира – лецитина. Но преимущественно р/н Cs-137 и Sr-90 могут попадать в масляные и жировые продукты в процессе их приготовления или переработки.

По количественному соотношению белков, жиров и углеводов все виды продовольствия можно условно разделить на три группы, согласно преимущественному содержанию в них одного из видов биологических соединений.

К первой группе можно отнести продукты, в которых на долю белка приходится от 25 до 70% состава продукта:

мясо и мясные продукты;

рыба и рыбные продукты;

молоко и молочные продукты;

яйцо и яичный порошок.

Во вторую группу входят продукты, которые содержат от 30 до 80% углеводов:

Сахар и кондитерские изделия;

Зерно и продукты его переработки;

Фруктоовощная продукция, грибы.

Третья группа – масляное сырье и жировые продукты, основу которых составляют жиры.

Преимущественное содержание одного из биологических соединений предопределяет выбор способа обработки пробы, необходимого для перевода минеральных веществ в раствор. Для приготовления расчетного образца проб продукта, относящегося к первой группе необходима кислотная денатурация белка, тогда как для продуктов второй группы первым этапом является щелочной гидролиз полисахаридов. Для перевода минеральных веществ в раствор при приготовлении расчетного образца проб продуктов третьей группы необходимо использовать реакцию омыления сложных эфиров.

Таким образом, любая методика приготовления расчетного образца пробы продовольствия включает два основных условия:

- высвобождение минеральных веществ в раствор;

- соосаждение р/н Cs-137 и Sr-90=Y-90 с феррицианидом цинка и оксалатом кальция соответственно.

1.3. Реактивы.

Хлористоводородная кислота, 6 моль/дм³;

Натрия гидроксид, 10 моль/дм³;

Щавелевая кислота;

Пероксид водорода, 33% раствор;

Аммония гидроксид, 25% раствор;

Натрия хлорид, 0,6 моль/дм³;

Кальция хлорид, 1 моль/дм³ по иону Ca²⁺;

Калия феррицианид, 0,2 моль/дм³;

Цинка нитрат, 0,3 моль/дм³;

Спирт этиловый.

Все реактивы могут быть марки "ч".

1.4. Аппаратура, посуда.

Радиометрический комплекс "Прогресс" в комплекте;
Весы аналитические;
Плитка электрическая;
Лампа зеркальная ЗМ-Ж, 220х500 для сушки образцов;
Цилиндры мерные 50; 100; 250 и 500 дм³;
Колбы конические термостойкие вместимостью 250, 500, 1000 и 2000 см³;
Воронки конические, d=10 см;
Палочки стеклянные, l=28 см;
Бумага фильтровальная лабораторная;
Бумага фильтровальная "синяя лента";
Бумага индикаторная универсальная;
Воронка Бюхнера, d=20 см;
Делительная воронка, 1 дм³;
Шпатели фарфоровые.

2. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ МЯСА И МЯСНЫХ ПРОДУКТОВ.

2.1. Введение.

Проба мяса, отобранная на анализ, содержит мышечную или функциональную (печень, почки, легкие) ткани и кровь, омывающую клетки этих тканей. Наиболее важной составной частью пробы мяса являются белки, на долю которых приходится до 50% веса.

Химический состав белков мышечной и функциональной тканей неодинаков. Например, основным мышечным белком, обеспечивающим двигательную активность, является миозин. Содержание его в мышечной ткани составляет 40-45%. Миозин обладает специфической способностью связывать, главным образом ионы кальция и магния. Функциональные особенности печени, легких, почек и др. органов, определяют ферменты, обеспечивающие их работу. Вместе с тем, основу этих органов, создающую как бы сеть, в которой находятся функциональные клетки, составляет соединительная ткань, основным белком которой являются коллаген и эластин. В создании пространственной структуры этих белков, принимают участие ионы кальция. Поскольку щелочноземельный металл стронций по своим свойствам аналогичен свойствам кальция, то р/н Sr-90 способен, по-видимому, еще на стадии биосинтеза включаться в структуру коллагена, эластина или миозина.

Одной из функций крови – основной жидкости организма – является обеспечение транспорта к органам и тканям веществ, поступающих из пищеварительного тракта. Наряду с ними транспортируются и р/н Cs-137 и Sr-90. Если Sr-90 способен включаться в биологические структуры белка, то р/н Cs-137, являющийся аналогом щелочных натрия и калия, в основном распределяется в межклеточном пространстве.

Способность белков растворяться в солевых растворах положена в основу метода извлечения их из проб мяса и мясных продуктов. Например, при обработке гомогенизированной пробы в течение 15-20 минут 0,6 моль/дм³ NaCl извлекается до 95% миозина и коллагена.

Таким образом, высвобождение р/н Cs-137 и Sr-90 из пробы мяса или мясных продуктов достигается путем экстрагирования белков с последующей их денатурацией.

Анализ производится в четыре этапа:

- экстракция белков 0,6 моль/дм³ NaCl;
- денатурация белков 6 моль/дм³ HCl;
- соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;
- соосаждение Sr-90 и Y-90 с оксалатом кальция с сохранением в счетном образце степени р/а равновесия этих р/н, сложившегося к моменту анализа в исследуемой пробе.

Полное время приготовления счетных образцов 1,5-2 часа.

2.2. Ход анализа пробы мяса

1. Пробу мяса массой 100 г отделить от жира, сухожилий и костей и пропустить через мясорубку.
2. В широкогорлую коническую колбу емкостью 1 дм³ поместить навеску пробы мяса.
3. Добавить к пробе 150 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl, интенсивно перемешать в течение 30 с до полного смачивания пробы.

Выдерживать пробу в течение 15 минут.

4. По истечении этого срока пробу фильтровать через воронку Бюхнера, собирая фильтрат в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

5. Остаток мяса с воронки Бюхнера возвратить в колбу, емкостью 1 дм³.

Операции п.п.3, 4 и 5 повторить трижды.

6. Колбу, в которой проводилась экстракция белка, ополоснуть 100 см³ 6 моль/дм³ HCl.

Остаток мяса на воронке Бюхнера промыть этой кислотой.

Все фильтраты объединить. Остаток мяса отбросить.

7. К объединенным фильтратам добавить 50 см³ концентрированной HCl.

Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.

К горячему раствору добавить 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать и нагреть до кипения, но не кипятить.

9. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента".

Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды.

Осадок вместе с фильтром отбросить.

10. К фильтрату добавить 50 см³ 6 моль/дм³ HCl. Интенсивно перемешать.

2.3. Ход анализа фильтрата.

1. Фильтрат нагреть до кипения, но не кипятить.

2. К горячему раствору добавить 25 см³ 0,2 моль/дм³ K₃Fe(CN)₆. Интенсивно перемешать.

3. Добавить 20 см^3 $0,3 \text{ моль/дм}^3$ $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ порциями по 3 см^3 , тщательно перемешивая пробу после добавления каждой порции.

4. Суспензию осадка нагреть до кипения, но не кипятить. Дать осадку отстояться в течение 3 минут.

5. Взвесить бумажный фильтр "синяя лента". Осадок феррицианида цинка фильтровать из горячего раствора через складчатый фильтр, промыть на фильтре кипящей дистиллированной водой, сушить до постоянного веса.

6. Высушенный осадок взвесить вместе с фильтром, перенести в измерительную кювету и вновь взвесить.

Активность счетного образца измеряют по алгоритму "Cs-137" на гамма-спектрометре комплекса "Прогресс" по прилагаемой методике.

7. К фильтрату, полученному после отделения осадка феррицианида цинка, добавить 10 см^3 раствора CaCl_2 с титром по Ca^{2+} 40 мг/мл и 5 г кристаллической щавелевой кислоты.

Пробу нагреть до полного растворения щавелевой кислоты.

8. Горячий раствор нейтрализовать концентрированным раствором NH_4OH до величины $\text{pH } 4,0$, тщательно контролируя кислотность среды по универсальной индикаторной бумаге.

9. Суспензию осадка нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут.

10. Взвесить бумажный фильтр "белая лента". Осадок общих оксалатов отфильтровать из горячего раствора через складчатый фильтр, промыть на фильтре кипящей дистиллированной водой, сушить до постоянного веса.

11. Высушенный осадок взвесить вместе с фильтром, перенести в измерительную кювету и вновь взвесить.

Активность счетного образца измерить по алгоритму "Y-90" на бета-спектрометре комплекса "Прогресс" по методике, прилагаемой к установке.

2.4. Ход анализа проб мясных продуктов (колбаса, сардельки, сосиски, тушенка, паштеты)

1. Навеску пробы мясных продуктов массой 100 г (кроме тушенки или паштета) пропустить через мясорубку.

2. В широкогорлую коническую колбу емкостью 1 дм^3 поместить навеску пробы.

3. Добавить к пробе 150 см^3 $0,6 \text{ моль/дм}^3$ NaCl , интенсивно перемешать в течение 30 с до полного смачивания пробы.

Выдерживать пробу в течение 15 мин .

4. По истечении этого срока пробу фильтровать через воронку Бюхнера, собирая фильтрат в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм^3 .

5. Остаток пробы с воронки Бюхнера возвратить в колбу, емкостью 1 дм^3 .

Операции п.п.3, 4 и 5 повторить трижды.

6. В колбу, в которой проводилась экстракция белка, добавить 100 мл 6 моль/дм^3 HCl . Кислоту нагреть до кипения. Горячей кислотой ополоснуть колбу, смывая со стенок жир.

7. Остаток пробы на воронке Бюхнера промыть горячей кислотой.

Все фильтраты объединить. Остаток пробы отбросить.

8. К объединенным фильтратам добавить 50 см^3 концентрированной HCl . Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 15 минут при периодическом перемешивании.
9. К горячему раствору добавить 50 см^3 10 моль/дм^3 NaOH .
Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.
10. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см^3 горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.
11. К фильтрату добавить 50 см^3 6 моль/дм^3 HCl . Пробу интенсивно перемешать.

2.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

2.6. Ход анализа пробы пельменей и мясных консервов, содержащих кашу или овощи.

1. Хорошо перемешать содержимое консервной банки до гомогенного состояния. Пельмени измельчить.
2. Навеску пробы массой 100 г поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 1 дм^3 .
3. Добавить к пробе 150 см^3 $0,6\text{ моль/дм}^3$ NaCl . Пробу интенсивно перемешать в течение 30 с до полного смачивания пробы.
Выдержать пробу в течение 10 мин.
4. По истечении этого срока пробу фильтровать через воронку Бюхнера, собирая фильтрат в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм^3 .
5. Остаток пробы с воронки Бюхнера возвратить в колбу емкостью 1 дм^3 .
Операции п.п.3, 4 и 5 повторить трижды.
6. Остаток пробы с воронки Бюхнера возвратить в колбу емкостью 1 дм^3 . К остатку пробы добавить 150 см^3 $0,5\text{ моль/дм}^3$ NaOH и 50 см^3 $0,6\text{ моль/дм}^3$ NaCl .
Пробу интенсивно перемешать в течение 30 с, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут.
7. К горячей пробе добавить 100 см^3 6 моль/дм^3 HCl . Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.
8. Горячую пробу фильтровать через воронку Бюхнера, тщательно перемешивая пробу на воронке Бюхнера, чтобы как можно полнее собрать фильтрат.
Все фильтраты объединить. Остаток пробы отбросить.
9. К фильтрату добавить 75 см^3 концентрированной HCl . Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.
10. К горячему раствору добавить 25 см^3 10 моль/дм^3 NaOH .
Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.
11. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента", промыть на фильтре 100 см^3 горячей дистиллированной воды.
Осадок вместе с фильтром отбросить.
12. К фильтрату добавить 50 см^3 6 моль/дм^3 HCl . Интенсивно перемешать.

2.7. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

3. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ РЫБЫ И РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ

3.1. Введение

Рыба и рыбные продукты относятся к белковым продуктам, доля белка в них достигает 70%. Основным белком мышц, костей и кожи рыб является коллаген, который в отличие от коллагена животного происхождения обладает высокой лабильностью в кислой среде.

Р/н Cs-137 и Sr-90 могут поступать в организм рыбы вместе с минеральными веществами двумя путями. У взрослых рыб основное количество минеральных веществ усваивается вместе с пищей. Поскольку основным компонентом пищи рыб являются существа, которые помимо белковой природы имеют также сильно минерализованные структуры, то в процессе усвоения ее наряду с пищеварительными ферментами важную роль играет и соляная кислота. Концентрации соляной кислоты, которая в желудке рыбы достигает 1,5%, достаточно для декальцинирования костей, чешуи и даже панциря ракушек. У мальков поступление минеральных веществ преимущественно происходит путем усвоения из окружающей среды через жабры, которые извлекают из воды не только кислород, но и растворенные в воде ионы. Ионный состав воды со временем меняется мало, поэтому существует некое ионное равновесие минеральных веществ в воде и живущей в ней рыбы. Тем не менее, если Cs-137 равномерно распределяется во внутренних органах и мягких тканях, то около 85% р/н Sr-90 депонируется в костях и чешуе, а р/н Y-90 преимущественно накапливается в печени.

Высвобождение Cs-137 и Sr-90 в раствор основано на особенностях пищеварения рыб и достигается путем обработки вещества пробы соляной кислотой, которая не только денатурирует белки, но и растворяет кости и чешую.

Весь процесс проводится в три основных этапа:

- денатурация белка 6 моль/дм³ хлористоводородной кислотой;
- соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;
- соосаждение с оксалатом кальция оксалатов Sr-90 и Y-90 с сохранением в счетном образце степени р/а равновесия этих р/н, сложившегося к моменту анализа в исследуемой пробе.

Полное время приготовления счетных образцов 1,5-2 часа.

3.2. Ход анализа пробы рыбы.

1. Пробу рыбы (морской или речной) освободить от плавников и головы и пропустить через мясорубку.

Пробу мелкой рыбы пропускают через мясорубку вместе с головой.

2. Навеску фарша рыбы массой 100 г перенести в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

3. Добавить к пробе 75 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl, пробу интенсивно перемешать в течение 30 с до полного смачивания пробы.

4. Добавить к пробе 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 мин.

5. К горячему раствору добавить 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 50 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.

6. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ кипящей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

7. К фильтрату добавить 50 см³ 6 моль/дм³ HCl. Интенсивно перемешать.

3.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

Примечание: при осаждении оксалата кальция к пробе рыбы не надо добавлять раствор хлористого кальция, так как достаточно ионов Ca^{2+} , содержащихся в пробе.

3.4. Ход анализа пробы рыбных консервов в томатном соусе.

1. Хорошо перемешать содержимое консервной банки до гомогенного состояния.

2. Навеску пробы массой 100 г поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

3. Добавить к пробе 50 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать в течение 30 с до полного смачивания пробы.

4. Добавить к пробе 150 см³ 1,0 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.

5. К горячему раствору добавить 50 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.

6. К горячему раствору добавить 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 50 см³ этилового спирта. Пробу нагреть до кипения, но не кипятить.

7. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ кипящей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

8. К фильтрату добавить 75 см³ 6 моль/дм³ HCl.

Интенсивно перемешать.

3.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

3.6. Ход анализа рыбных консервов в масле.

1. Хорошо перемешать содержимое консервной банки до гомогенного состояния.

2. Навеску пробы массой 100 г поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

3. Добавить к пробе 50 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать в течение 30 с до полного смачивания.

4. Добавить к пробе 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 75 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании до получения гомогенного раствора.

5. К горячей пробе добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.

6. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента".

Осадок на фильтре промыть 100 см³ кипящей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

7. К фильтрату добавить 50 см³ 6 моль/дм³ HCl. Интенсивно перемешать.

3.7. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

4. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

4.1. Введение.

Молоко и молочные продукты являются ценнейшими пищевыми продуктами, т.к. в состав молока и молочных продуктов входят белки (казеин, молочный альбумин и глобулин), углеводы (молочный сахар – лактоза), жиры, минеральные вещества и ряд витаминов.

Минеральные вещества, на долю которых в молоке приходится примерно 0,7% по весу, представлены, главным образом, щелочноземельными и щелочными металлами: кальцием, натрием и калием.

В молоке эти металлы могут быть связаны с фосфатными группами аминокислоты серина, входящей в полипептидную цепь основного молочного белка казеина или входить в коллоидные фосфаты, образующие мицеллы в сыворотке молока.

Кальций или похожий на него по химическим свойствам стронций еще на стадии биосинтеза могут включаться как в структуру казеина и участвовать в создании его пространственной структуры, так и в мицеллы коллоидных фосфатов, практически равномерно распределяясь между белком и сывороткой. Напротив, Cs-137 не может включиться в структуру казеина и поэтому практически полностью находится в молочной сыворотке.

Высвобождение минеральных веществ, в том числе и р/н Sr-90, связанных с белковыми молекулами, достигается путем денатурации белка, а р/н Cs-137 и Sr-90, депонированные в фосфатных мицеллах, вытесняются из них избытком ионов натрия.

Вся процедура проводится в три основных этапа:

— денатурация белка 6 моль/дм³ HCl;

— соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;

— соосаждение с оксалатом кальция оксалатов Sr-90 и Y-90 с сохранением в счетном образце степени р/а равновесия этих радионуклидов, сложившегося к моменту анализа в исследуемом образце.

Продолжительность анализа 1,5÷2 часа.

4.2. Ход анализа пробы молока и кисломолочных продуктов.

1. В термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³ поместить пробу объемом 100 см³.

2. Добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать.

Пробу нагреть до кипения и кипятить в течение 10 мин при периодическом перемешивании.

3. К горячему раствору добавить 30 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 30 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать и нагреть до отделения казеиновой фракции.

4. Белковую фракцию отфильтровать из горячего раствора через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

5. К фильтрату добавить 10 см³ насыщенного раствора NaCl и 50 см³ 6 моль/дм³ HCl. Раствор интенсивно перемешать до появления обильной пены, нагреть до кипения.

4.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.)

4.4. Ход анализа пробы сливок, сметаны, йогурта.

1. Навеску пробы сметаны массой 100 г или сливок, йогурта объемом 100 мл поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

2. Добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать и кипятить в течение 10 минут, периодически перемешивая пробу.

3. К горячему раствору добавить 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 50 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут, перемешивая пробу через каждые 60 с.

4. Белковую фракцию отфильтровать из горячего раствора через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

5. К фильтрату добавить 50 см³ насыщенного раствора NaCl и 50 см³ 6 моль/дм³ HCl. Раствор интенсивно перемешать до появления обильной пены, нагреть до полного исчезновения пены.

6. К горячему раствору добавить 5 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Раствор интенсивно перемешать.

4.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

4.6. Ход анализа пробы сыра или творога.

1. Навеску пробы сыра или творога массой 100 г поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³. Навеску пробы сыра предварительно натереть на крупной терке.

2. Добавить 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Интенсивно перемешать пробу до полного смачивания и исчезновения комочков.

3. Пробу нагреть до кипения, но не кипятить. К горячему раствору добавить 150 см³ горячей дистиллированной воды. Пробу кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.

4. К горячему раствору добавить 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 50 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.

5. Белковую фракцию отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6. К фильтрату добавить 50 см³ насыщенного раствора NaCl и 50 см³ концентрированной HCl. Пробу перемешать до появления обильной пены, нагреть без перемешивания до исчезновения пены.

7. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 50 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтратом отбросить.

8. К фильтрату добавить 10 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать.

4.7. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

Примечание.

1. При осаждении осадка общих оксалатов в пробе сыра не надо в раствор добавлять раствор хлористого кальция, поскольку в продукте достаточно ионов Ca²⁺.

2. При осаждении осадка общих оксалатов в пробе творога без добавления раствора хлористого кальция нейтрализовать горячий раствор концентрированным NH₄OH до величины pH 4,0 (по универсальной индикаторной бумаге). Если в этих условиях не образуется осадок, то добавить раствор CaCl₂.

4.8. Ход анализа пробы сухого или сгущенного молока.

1. Навеску пробы массой 100 г поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

2. Добавить к пробе 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать до получения однородного раствора.

3. Пробу нагреть до кипения и кипятить в течение 15 минут при периодическом перемешивании.

4. К горячему раствору добавить 100 см³ горячей дистиллированной воды, 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 50 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.

5. Белковую фракцию отфильтровать из горячего раствора через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6. К фильтрату добавить 50 см³ насыщенного раствора NaCl и 50 см³ концентрированной HCl. Перемешать раствор до появления обильной пены, нагреть раствор до кипения.

7. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок вместе с фильтром отбросить.

4.9. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

4.10. Ход анализа пробы молока объемом больше 600 см³.

1. Пробу молока объемом равным или превышающим 600 см³ поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³. Пробу при периодическом перемешивании нагреть до кипения, но не кипятить.

2. Добавить к горячему раствору 200 см³ концентрированного раствора HCl.

Пробу интенсивно перемешать, при периодическом перемешивании пробу нагреть до кипения и кипятить в течение 20 мин.

3. К горячему раствору добавить 75 см³ 10 моль/л NaOH и 75 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.

4. Белковую фракцию отфильтровать из горячего раствора через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

5. К фильтрату добавить 50 см³ насыщенного раствора NaCl и 75 см³

6 моль/дм³ HCl. Фильтрат интенсивно перемешать до появления обильной пены, нагреть фильтрат до полного исчезновения пены.

6. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 50 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

4.11. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

5. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ ЯЙЦА И ПРОДУКТОВ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

5.1. Введение.

По содержанию белка, которое составляет 25%, яйцо можно отнести к белковым продуктам. Вместе с тем в состав желтка (до 32%) входят липиды, которые по химическому строению относятся к триглицеридам и обладают свойствами жиров.

Яйцо – единственный продукт, в котором четко разграничены способы и формы существования минеральных веществ. В скорлупе, составляющей лишь 12% от общего веса яйца, сосредоточена большая часть минеральных солей в виде карбонатов кальция и натрия, а на долю белковой части яйца приходится только 1,7% минеральных веществ, причем большая часть их находится в желтке. Минеральные вещества яичного белка – это калий, натрий, железо, магний и кальций. Они связаны либо с фосфатными группами аминокислоты серина, входящей в полипептидные цепи овальбумина и ововителлина – основных белковых соединений яичного белка и желтка соответственно, либо с фосфатными остатками липидов желтка, преимущественно лецитина.

Поскольку р/н Cs-137, относящийся к щелочным металлам, по химическим свойствам похож на натрий и калий, а щелочноземельный Sr-90 имеет общие свойства с кальцием, то можно ожидать, что уже на стадии биосинтеза эти нуклиды способны включаться в различные структурные элементы яйца.

Высвобождение р/н Cs-137 и Sr-90 в раствор достигается денатурацией яичных белков и гидролизом сложноэфирной связи липидов.

Вся процедура проводится в четыре этапа:

— денатурация яичного белка 6 моль/дм³ HCl;

— гидролиз сложноэфирной связи липидов 10 моль/дм³ NaOH;

— соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;

— соосаждение с оксалатом кальция оксалатов Sr-90 и Y-90 с сохранением в счетном образце р/а равновесия, сложившегося в пробе к моменту анализа.

Продолжительность анализа 1,5÷2 часа.

5.2. Ход анализа пробы свежего яйца.

1. В анализ взять не менее 2 яиц. Яйца расколоть, отделить скорлупу.
2. В стакане взвесить яичный белок и желток.
3. Пробу перенести в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³. Стакан ополоснуть 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Раствор также перенести в колбу.
Пробу в колбе интенсивно перемешать до получения гомогенного раствора.
4. Добавить 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании в течение 15 минут.
5. К горячему раствору добавить 75 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 50 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут при периодическом перемешивании.
6. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.
7. К фильтрату добавить 50 см³ концентрированной HCl.

5.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

5.4. Ход анализа пробы продуктов переработки яйца (яичный порошок, меланж).

1. Навеску пробы яичного порошка массой 50 г перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.
2. К пробе добавить 150 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до получения гомогенного раствора.
3. К пробе добавить 75 см³ концентрированной HCl. Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.
4. К горячему раствору добавить 100 см³ 10 моль/дм³ NaOH и 75 см³ этилового спирта. Пробу интенсивно перемешать, нагреть пробу до кипения и кипятить в течение 5 минут при периодическом перемешивании.
5. К горячему раствору добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу нагреть до кипения, но не кипятить.
6. Белковую фракцию отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды.
Осадок вместе с фильтром отбросить.

5.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

Примечание.

После предварительного размораживания меланжа, ход анализа этой пробы аналогичен "ходу анализа пробы свежего яйца".

6. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ

ОБРАЗЦОВ ПРОБ ЗЕРНА И ПРОДУКТОВ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ.

6.1. Введение.

Зерновые культуры подразделяются на хлебные злаки (пшеница, рожь, овес, кукуруза, просо, рис, сорго), гречишные (гречиха) и бобовые (горох, фасоль, бобы, чечевица, соя и др.). Однако, несмотря на это деление, основными компонентами этих продуктов являются углеводы. В растительном мире они входят в состав опорных тканей (клетчатка) или накапливаются в больших количествах в качестве запасного питательного материала (крахмал). В зернах злаков содержание крахмала доходит до 65÷70%, тогда как у зернобобовых составляет 23÷24%.

Минеральные вещества, в том числе р/н Cs-137 и Sr-90, в зерне и продуктах его переработки могут присутствовать как в виде солей органических и минеральных кислот (в основном это щавелевая и фосфорная кислоты), так и связанными с кислотными группами неуглеводной части крахмала или клетчатки. В связи с этим содержание минеральных веществ зависит от вида продукта. Например, в необработанном зерне, имеющем покрывные и семенные оболочки, на долю минеральных веществ приходится 11-14%; в крупе, представляющей собой зерно, освобожденное от покровных и семенных оболочек, содержание их не превышает 2%, а в муке — продукте, полученном путем размола зерна и освобождением от отрубей, — минеральных веществ не более 0,5-0,6%.

Высвобождение минеральных веществ в раствор достигается гидролизом гликозидных связей углеводов в щелочной и кислой средах.

Вся процедура проводится в четыре основных этапа:

— гидролиз гликозидных связей клетчатки 0,5 моль/дм³ NaOH;

— гидролиз гликозидных связей крахмала 6 моль/дм³ HCl;

— соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;

— соосаждение с оксалатом кальция оксалатов Sr-90 и Y-90 с сохранением в счетном образце р/а равновесия этих р/н, сложившегося к моменту анализа в исследуемом образце.

Продолжительность анализа 2,0-2,5 часа.

6.2. Ход анализа пробы зерна (семян).

1. Навеску пробы зерна (семян) массой 100 г помещают в кофемолку и размельчают до состояния муки.

2. Размолотую навеску перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Добавить 200 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Интенсивно перемешать пробу в течение 30 сек. до полного смачивания пробы.

3. К пробе добавить 10 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 мин. при периодическом перемешивании.

4. К горячему раствору добавить 250 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.

5. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6.3. Анализ фильтрата (см. раздела 2.3.).

6.4. Ход анализа пробы мукомольно-крупяных изделий.

1. Навеску пробы крупы массой 100 г размельчить в кофемолке до состояния муки и поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.
2. Добавить 150 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания пробы.
3. К пробе добавить 150 см³ горячего 1 моль/дм³ раствора NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 мин. при периодическом перемешивании.
4. К горячей пробе добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.
5. Горячую пробу фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

6.6. Ход анализа пробы хлебо-булочных изделий.

1. Навеску пробы массой 100 г раскрошить и перенести в термостойкую коническую колбу 2 дм³.
2. Добавить 150 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать и выдержать при постоянном перемешивании в течение 3 мин.
3. К размоченной навеске в колбу добавить 150 см³ горячего раствора 1 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут при периодическом перемешивании.
4. К горячему раствору добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.
5. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ кипящей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6.7. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

6.8. Ход анализа пробы зернобобовых.

1. Навеску пробы гороха, фасоли, чечевицы и др. массой 100 г измельчить на кофемолке до состояния муки (сухие продукты) или растолочь в ступке (зеленые продукты). Навеску перенести в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.
2. Добавить 150 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания всей навески.
3. Добавить 200 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании в течение 10 мин.
4. К горячему раствору добавить 100 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании в течение 10 мин.

5. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6. К фильтрату добавить 50 см³ концентрированной HCl и 5 см³ концентрированной H₂O₂. Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить до прекращения вспенивания пробы.

6.9. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

7. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ САХАРА И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ

7.1. Введение.

Сахар — продукт на 100% состоящий из сахарозы — углевода, содержащего глюкозу и фруктозу. Получают сахар вымыванием сахарозы горячей водой из измельченной сахарной свеклы или сахарного тростника. В результате получают сахарный раствор, содержащий 12-15% сахара, а также белковые и красящие вещества, фосфаты, свободные кислоты (щавелевую, лимонную) от которых освобождаются, осаждавая эти вещества в виде кальциевых солей. После отделения осадка сахарный раствор, содержащий небольшое количество сахаратов (кальциевой соли сахарозы), упаривают под вакуумом, получая сахарный сироп; после охлаждения которого выпадают кристаллы сахара. Минеральные вещества, в том числе и техногенные р/н, могут попадать в сахар как в процессе получения сахарного раствора, так и при осаждении кальциевых солей. Однако рафинирование сахара, которое осуществляется пропусканием сахарного раствора через активированный древесный уголь, практически полностью освобождает сахар от посторонних примесей.

Сахаристые кондитерские изделия готовятся на основе сахарно-паточного сиропа, упаренного до влажности 3%. Леденцовую карамель или карамель с разнообразной начинкой получают при добавлении к сиропу пищевых кислот или фруктовых начинок. Халва готовится из взбитой карамельной массы, смешанной с растертыми орехами, семенами подсолнуха или кунжута. При приготовлении зефира или пастилы к сахарно-паточному сиропу помимо фруктовых составляющих добавляют еще яичный белок, на долю которого приходится до 50% веса. Эти добавки в кондитерские изделия могут служить источником минеральных веществ, в том числе и р/н Cs-137 и Sr-90.

В шоколад минеральные вещества могут быть внесены из продуктов, которые используют для его производства, а именно какао-бобов, молока, яичного белка, орехов, фруктов и ягод.

Только мед, являющийся натуральным продуктом, сам содержит минеральные вещества до 0,5%.

Для высвобождения минеральных веществ в раствор в первую очередь необходимо разрушить углеводную основу сахарно-паточного сиропа, а затем денатурировать белковые добавки. Кроме того, для достижения полноты осаждения Cs-137 и Sr-90 из раствора пробы необходимо удалить избыток глюкозы, что достигается ее карамелизацией.

Весь процесс проводится в пять основных этапов:

— гидролиз углеводородной основы 0,5 моль/дм³ NaOH;

— денатурация белковых добавок 6 моль/дм³ HCl;

— карамелизация глюкозы 6 моль/дм³ HCl;

— соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;

— соосаждение Sr-90 и Y-90 с оксалатом кальция с сохранением в счетном образце p/a равновесия p/n , сложившегося к моменту анализа исследуемой пробы.

Продолжительность анализа 1,5-2 часа.

7.2. Ход анализа пробы сахара.

1. Навеску сахара массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.
2. Добавить 100 дм³ 0,6 моль/дм³ NaCl и 200 см³ 0,5 моль/дм³ NaOH.
3. Раствор пробы нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.
4. К горячему раствору добавить 200 см³ 6 моль/дм³ HCl. Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 мин.
5. К горячему раствору добавить 3 см³ концентрированного раствора H₂O₂. Раствор нагреть до кипения и при периодическом перемешивании нагревать до прекращения вспенивания пробы.
6. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ холодной дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.
7. К фильтрату добавить 50 см³ 6 моль/дм³ HCl. Интенсивно перемешать.

7.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

7.4. Ход анализа проб кондитерских изделий и меда.

1. Навеску кондитерских изделий массой 100 г измельчить (шоколадные изделия, мармелад, зефир и т.д.) или растолочь (леденцы, карамель) и поместить в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.
2. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl и 300 см³ 0,5 моль/дм³ NaOH. Пробу нагревать при интенсивном перемешивании до полного растворения.
3. Раствор нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.
4. К горячему раствору добавить 75 см³ концентрированной HCl. Раствор интенсивно перемешать и нагреть до кипения, но не кипятить.
5. К горячему раствору осторожно по стенке добавить 3 см³ концентрированного раствора H₂O₂. Раствор перемешать, нагреть до кипения и кипятить до прекращения вспенивания пробы.
6. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.
7. К фильтрату добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Раствор нагреть до кипения, но не кипятить.
8. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ холодной дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

7.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

8. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ ПЛОДООВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ

8.1. Введение.

Вещества, входящие в состав овощей и фруктов делятся на растворимые и нерастворимые в воде.

Из нерастворимых углеводов наибольшее значение имеют клетчатка, гемицеллюлоза, крахмал. Клетчатка и гемицеллюлоза являются основными компонентами стенок растительных клеток. С этими полисахаридами связано около четверти растительного белка, большая часть минеральных веществ и витаминов. Содержание клетчатки и гемицеллюлозы во многих овощах и бахчевых культурах составляет от 0,3 до 5,5%, во фруктах — от 0,5 до 4,0%. Различие между овощами и фруктами, по-видимому, обусловлено природой полисахаридов, создающих внешнюю оболочку. В овощах это преимущественно клетчатка, хорошо поддающаяся гидролизу в щелочной среде, тогда как во фруктах основной составляющей является гемицеллюлоза, весьма лабильная к кислотному воздействию.

Крахмал в плодовоовощной продукции накапливается как запасное вещество в виде вкрапленных в растительную клетку зерен. Его содержание в картофеле составляет 15-25%, в зеленом горошке — 5-6%, в сахарной кукурузе — 4-10%. В других овощах и плодах крахмала содержится в пределах нескольких десятых процента.

К растворимым в воде веществам относятся пектин, сахара, органические кислоты, витамины.

Сахара, к которым относятся глюкоза и фруктоза, преимущественно находятся в плодах. Например, в винограде содержится до 15% глюкозы, которую иначе называют виноградным сахаром.

Пектин или пектиновые кислоты присутствуют в плодовой продукции в виде кальциевых солей и характеризуются высокой чувствительностью к кислотному гидролизу. Особенно богаты пектиновыми веществами яблоки, крыжовник, земляника и другие плоды. Особенности структуры пектиновых веществ позволяют предположить, что именно в них возможно депонирование Sr-90, поскольку химические свойства щелочноземельных элементов Ca и Sr очень похожи.

Овощи и фрукты являются главным источником витаминов и особенно витамина С — аскорбиновой кислоты. Среди овощей аскорбиновой кислотой богаты картофель, капуста, редис, редька, репа, зеленый лук, шпинат, салат, щавель; из плодов — лимоны, апельсины, мандарины, антоновские яблоки; из ягод — черная смородина, крыжовник, клубника, ежевика, морошка, клюква. Например, на 100 г клюквы приходится 300 мг аскорбиновой кислоты. Аскорбиновая кислота — сильный восстановитель, который, взаимодействуя с ионами минеральных веществ, изменяет их валентное состояние, и, следовательно, их свойства. Например, присутствие в растворе пробы витамина С влияет на способность р/н Y-90 соосаждаться с оксалатом кальция.

Минеральные вещества в плодовоовощной продукции находятся в виде солей органических и минеральных кислот, а также могут являться составной частью высокомолекулярных соединений — витаминов, белков, ферментов.

Таким образом, для приготовления счетных образцов из проб плодовоовощной продукции необходимо не только путем гидролиза полисахаридов высвободить в раствор минеральные вещества, но и исключить восстановительные воздействия аскорбиновой кислоты.

Вся процедура проводится в пять этапов:

— гидролиз полисахаридов 0,5 моль/дм³ NaOH;

— гидролиз пектина и крахмала 6 моль/дм³ HCl;

- окисление аскорбиновой кислоты концентрированным раствором H_2O_2 ;
- соосаждение $Cs-137$ с феррицианидом цинка;
- соосаждение с оксалатом кальция оксалатов $Sr-90$ и $Y-90$ с сохранением в счетном образце степени p/a равновесия этих p/n , сложившегося к моменту анализа в исследуемом образце.

Продолжительность анализа 1,5-2 часа.

8.2. Ход анализа пробы овощей.

1. Пробу овощей тщательно вымыть холодной водой, измельчить либо пропуская через мясорубку, либо натирая на терке.
2. Навеску измельченной пробы массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания.
3. Добавить 150 см³ 1,0 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут при периодическом перемешивании.
4. К горячему раствору добавить 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.
5. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.
6. К фильтрату добавить 50 см³ 6 моль/дм³ HCl и 3 см³ концентрированного раствора H_2O_2 . Раствор интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут до прекращения вспенивания пробы.

8.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

Примечание: При осаждении осадка общих оксалатов без добавления раствора хлористого кальция нейтрализовать горячий раствор концентрированным NH_4OH до величины $pH_{4,0}$ (по универсальной индикаторной бумаге). Если в этих условиях не образуется осадок, то добавить раствор $CaCl_2$.

8.4. Ход анализа пробы фруктов и ягод.

1. Пробу фруктов или ягод тщательно вымыть холодной водой. Пробу фруктов измельчить, пропуская через мясорубку. Пробу ягод растолочь в ступке.
2. Навеску измельченной пробы массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания.
3. Добавить 250 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.
4. К горячему раствору добавить 5 см³ концентрированной H_2O_2 . Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить до прекращения вспенивания.
5. Добавить 75 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут при периодическом перемешивании.
6. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.
7. К фильтрату добавить 50 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать.

8.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

Примечание: ход анализа проб соленых, маринованных, квашенных, моченых овощей или фруктов аналогичен соответствующему "ходу анализа проб овощей или фруктов" за исключением п.2.

8.6. Ход анализа проб плодово-ягодной продукции с сахаром (джемы, варенья, конфитюры, повидло и т.д.).

1. Навеску пробы массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.

2. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания.

При анализе проб конфитюра или повидла пробу нагревать при постоянном перемешивании до получения гомогенного раствора.

3. К пробе добавить 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 мин.

4. К горячему раствору осторожно по стенке добавить 5 см³ концентрированного раствора H₂O₂. Пробу интенсивно перемешать и нагревать при периодическом перемешивании до прекращения вспенивания.

5. К горячему раствору добавить 100 см³ 10 моль/дм³ NaOH (до щелочной реакции среды по универсальной индикаторной бумаге). Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании в течение 10 минут.

6. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

7. К фильтрату добавить 50 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут.

8. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ холодной дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

8.7. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

8.8. Ход анализа пробы соков и напитков.

1. Пробу сока или напитка объемом 100 см³ поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.

2. Добавить 200 см³ 2 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.

3. К горячему раствору добавить 75 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут при периодическом перемешивании.

4. К горячему раствору добавить 75 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут.

5. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6. К фильтрату добавить 50 см^3 6 моль/дм^3 HCl и 5 см^3 концентрированной H_2O_2 . Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании до прекращения вспенивания.

8.9. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

9. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ ГРИБОВ И ОРЕХОВ

9.1. Введение.

Орехи и грибы по химическому составу занимают переходное положение от чисто белковой продукции, такой как мясо, рыба, яйца, молоко, к углеводной, к которой относится плодовоовощная продукция.

В состав этих продуктов одновременно входят в соизмеримых количествах как белки, так и углеводы. Например, в шампиньонах содержание белка и углеводов одинаково и составляет 30%. В орехах содержание белка колеблется от 15,6% в грецких орехах до 22,3% в миндале, а доля углеводов не превышает 10-15%. Кроме того, ядра орехов содержат большое количество жиров (50-70%), тогда как в грибах на долю жиров приходится лишь 0,3-0,8%.

Помимо этих компонентов в состав грибов и орехов входят минеральные соли, свободные кислоты (фосфорная, лимонная, арахидоновая), витамины, а также экстрактивные вещества. Например, в незрелых зеленых грецких орехах витамина С в 50 раз больше, чем в апельсинах.

Учитывая специфический состав грибов и орехов, для высвобождения минеральных веществ из пробы этих продуктов необходимо не только денатурировать белок и гидролизовать углеводы, но и провести омыление жиров и разрушение окислительно-восстановительной способности витамина С.

Вся процедура проводится в шесть этапов:

- денатурация белка 6 моль/дм^3 HCl ;
- гидролиз углеводов $0,5 \text{ моль/дм}^3$ NaOH ;
- омыление жиров 10 моль/дм^3 NaOH ;
- окисление витамина С концентрированным раствором H_2O_2 ;
- соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;
- соосаждение с оксалатом кальция оксалатов Sr-90 и Y-90 с сохранением в счетном образце

степени p/a равновесия p/n , сложившегося к моменту анализа в исследуемом образце.

Продолжительность анализа 2-2,5 часа.

9.2. Ход анализа пробы грибов.

1. Навеску пробы грибов массой 100 г измельчить и поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм^3 . При анализе пробы сухих грибов масса пробы 50 г. При анализе пробы соленых или маринованных грибов в массу навески входят не только грибы, но и рассол.

2. К пробе добавить 100 см^3 6 моль/дм^3 HCl . Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания пробы, нагреть до кипения и кипятить в течение 15 минут при периодическом перемешивании.

3. К горячему раствору добавить 100 см^3 10 моль/дм^3 NaOH . Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.

4. Горячий раствор фильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

5. К фильтрату добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl до кислой реакции среды (по универсальной индикаторной бумаге). Раствор нагреть до кипения, но не кипятить.

6. К горячему раствору осторожно по стенке добавить 3 см³ концентрированного раствора H₂O₂. Раствор интенсивно перемешать и нагревать при периодическом перемешивании до прекращения вспенивания.

9.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

9.4. Ход анализа пробы орехов.

1. Пробу орехов освободить от скорлупы.

2. Навеску ядер орехов массой 100 г измельчить в кофемолке и поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.

3. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания пробы.

4. Добавить 150 см³ 6 моль/дм³ HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании в течение 15 минут.

5. К горячему раствору добавить 100 см³ этилового спирта и 125 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить при периодическом перемешивании в течение 15 мин.

6. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

7. К фильтрату добавить 75 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения, но не кипятить.

8. К горячему раствору осторожно по стенке добавить 3 см³ концентрированного раствора H₂O₂. Раствор интенсивно перемешать и нагревать до прекращения вспенивания.

9.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

10. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБ МАСЛИЧНОГО СЫРЬЯ И ЖИРОВЫХ ПРОДУКТОВ

10.1. Введение.

Основным компонентом пищевых жиров являются триглицериды — сложные эфиры трехатомного спирта глицерина и высокомолекулярных жирных кислот. В природных жирах встречаются кислоты с различным содержанием углеродных атомов от 4 до 24, но преимущественно это насыщенные пальмитиновая (C₁₆) и стеариновая (C₁₈) кислоты, и ненасыщенная (имеющая двойную связь —CH=CH—) олеиновая (C₁₈) кислота.

Многообразие физического состояния пищевых жиров определяется соотношением насыщенных и ненасыщенных жирных кислот, входящих в состав триглицеридов. Животные жиры (говяжий, бараний

жир, свиное сало) содержат не менее 70% пальмитиновой и стеариновой кислот, поэтому при комнатной температуре они твердые. В сливочном или кедровом масле при комнатной температуре имеющем мягкую консистенцию, содержание насыщенных и ненасыщенных кислот практически одинаково. Растительные масла, содержащие от 80 до 95% ненасыщенных жирных кислот, при комнатной температуре представляют собой жидкость.

В пищевых жирах содержится небольшое количество воды и других примесей. Животные жиры в качестве примесей содержат витамины А, D, Е и К, растительные жиры богаты витамином F. Строение триглицеридов не дает возможности образования химических связей с металлами. Поэтому минеральные вещества могут присутствовать в жирах только в виде примесей, появляющихся в процессе производства или переработки. Например, при производстве маргаринов, включающих стадию гидрирования ненасыщенных жирных кислот растительных жиров на никелевых катализаторах, в продукте обнаруживается присутствие никеля.

Для высвобождения минеральных веществ из пробы жиров необходимо выделить водорастворимые компоненты. Природные жиры вследствие присутствия в их структуре высокомолекулярных жирных кислот не смешиваются с водой. Для получения водного раствора необходимо отделить жирные кислоты, что достигается реакцией омыления сложных эфиров триглицеридов. В результате этой реакции жиры распадаются на водорастворимый глицерин и нерастворимые в воде жирные кислоты, т.е. получают водную и органическую фазы. В водную фазу переходят минеральные вещества и водорастворимые примеси.

Процедура приготовления счетных образцов пробы жиров проводится в три этапа:

— омыление сложных эфиров триглицеридов спиртовым раствором

10 моль/дм³ NaOH;

— соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;

— соосаждение оксалатов Sr-90 и Y-90 с оксалатом кальция в состоянии р/а равновесия этих р/н, сложившегося в исследуемой пробе к моменту анализа.

Продолжительность анализа 1-1,5 часа.

10.2. Ход анализа пробы рафинированного растительного масла и высокосортного маргарина.

1. Навеску пробы маргарина массой 100 г помещают в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Массу пробы растительного масла определяют с учетом его плотности.

Пробу маргарина в колбе растопить, а пробу растительного масла нагреть до кипения.

2. К горячему раствору пробы добавить 130 см³ этилового спирта и 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать.

3. Нагреть пробу при постоянном перемешивании в течение 15 минут до получения гомогенного раствора.

4. Горячий раствор перенести в делительную воронку емкостью 1 дм³. Колбу ополоснуть 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Кислоту перенести в делительную воронку.

5. Смесь перемешать в делительной воронке, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 30 сек.

Дать смеси отстояться до разделения ее на водную и органическую фазы.

Техногенные р/н Cs-137 и Sr-90 переходят в водную фазу. После отстаивания водную фазу из делительной воронки перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.

6. Для полного вымывания минеральных веществ к органической фазе в делительную воронку добавить 100 см³ горячей 2 моль/дм³ HCl.

Смесь интенсивно встряхивают в делительной воронке в течение 30 сек. После расслоения фаз водную фазу объединяют с водной фазой, полученной в п.5. Органическую фазу отбрасывают.

10.3. Анализ водной фазы (см. раздел 2.3.).

10.4. Ход анализа пробы сливочного масла.

1. Навеску пробы сливочного масла массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Пробу растопить, нагреть до кипения, но не кипятить.

2. К горячей пробе добавить 130 см³ этилового спирта и 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать.

3. Нагреть пробу при постоянном перемешивании в течение 15 минут до получения гомогенного раствора.

4. Горячий раствор перенести в делительную воронку емкостью 1 дм³. Колбу ополоснуть 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Кислоту перенести в делительную воронку.

5. Смесь в делительной воронке перемешать, интенсивно встряхивая в течение 30 сек делительную воронку.

Дать смеси отстояться до разделения ее на водную и органическую фазы.

6. После четкого разделения фаз, водную фазу перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.

7. К органической фазе в делительную воронку добавить 100 см³ горячей 6 моль/дм³ HCl. Смесь интенсивно встряхивать в делительной воронке в течение 30 сек.

8. После четкого расслоения фаз водную фазу объединить с водной фазой, полученной в п.6. Органическую фазу отбросить.

9. К водной фазе добавить 50 см³ насыщенного раствора NaCl и 25 см³ концентрированного раствора HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 мин.

10. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок вместе с фильтром отбросить.

10.5. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

10.6. Ход анализа растительного масла с большим количеством осадка.

1. Навеску пробы растительного масла массой 100 г, взятую с учетом плотности, перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Пробу нагреть до кипения, но не кипятить.

2. К горячей пробе добавлять 130 см³ этилового спирта и 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать.
3. Нагреть пробу при постоянном перемешивании в течение 15 минут до получения гомогенного раствора.
4. Горячий раствор перенести в делительную воронку емкостью 1 дм³. Колбу ополоснуть 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Кислоту перенести в делительную воронку.
5. Смесь в делительной воронке перемешать, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 30 сек.
Дать смеси отстояться до разделения ее на водную и органическую фазы.
6. После четкого разделения фаз водную фазу перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.
7. К органической фазе в делительную воронку добавить 100 см³ горячей 2 моль/дм³ HCl. Смесь интенсивно встряхивать в делительной воронке в течение 30 сек.
8. После четкого разделения фаз водную фазу объединить с водной фазой, полученной в п.6. Органическую фазу отбросить.
9. К водной фазе добавить 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 мин.
10. К горячему раствору добавить 75 см³ концентрированного раствора HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 мин.
11. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок вместе с фильтром отбросить.

10.7. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

10.8. Ход анализа пробы животных жиров.

1. Пробу животных жиров освободить от шкурки (свиной шпик) или прослойки соединительной ткани (говяжий, бараний или гусиный жир), нарезать мелкими кусочками или пропустить через мясорубку.
2. Навеску пробы измельченного жира массой 100 г перенести в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³. Пробу растопить до получения "шкварок", нагреть до кипения, но не кипятить.
3. К горячей пробе добавить 130 см³ этилового спирта и 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать.
4. Нагреть пробу при постоянном перемешивании в течение 15 минут до получения гомогенного раствора.
5. Горячий раствор вместе со "шкварками" перенести в делительную воронку емкостью 1 дм³. Колбу ополоснуть 100 см³ 6 моль/дм³ HCl. Кислоту перенести в делительную воронку.
6. Смесь в делительной воронке перемешать, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 30 сек. Дать смеси отстояться до разделения ее на водную и органическую фазы.
7. После четкого разделения фаз водную фазу перенести в термостойкую коническую колбу емкостью 2 дм³.

8. К органической фазе в делительной воронке добавить 100 см³ горячей 6 моль/дм³ HCl. Смесь интенсивно встряхивать в делительной воронке в течение 30 сек.

9. После четкого разделения фаз водную фазу объединить с водной фазой, полученной в п.7. Органическую фазу отбросить.

10. К водной фазе добавить 50 см³ концентрированной HCl и 25 см³ насыщенного раствора NaCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.

11. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок вместе с фильтром отбросить.

10.9. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

10.10. Ход анализа пробы низкосортного маргарина.

Низкосортный маргарин содержит большое количество эмульгаторов и пищевых добавок. Эмульгаторы – поверхностно-активные вещества, в качестве которых используются водорастворимые белки, желчно-кислые соли, мыла. Признак присутствия этих веществ в маргарине – появление обильной пены при перемешивании водной фазы.

1. Навеску пробы маргарина массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Пробу растопить, нагреть до кипения, но не кипятить.

2. К горячей пробе добавить 100 см³ этилового спирта и 50 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать.

3. Пробу при постоянном перемешивании нагревать в течение 15 минут до получения гомогенного раствора.

4. Горячий раствор перенести в делительную воронку емкостью 1 дм³. Колбу ополоснуть 100 см³ 6 моль/дм³ HCl, кислоту перенести в делительную воронку.

5. Смесь в делительной воронке перемешать, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 30 сек.

Дать смеси отстояться до разделения ее на водную и органическую фазы.

6. После четкого разделения фаз, водную фазу перенести в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³.

7. К органической фазе в делительную воронку добавить 100 см³ горячей 6 моль/дм³ HCl. Смесь интенсивно встряхивать в делительной воронке в течение 30 сек.

8. После четкого расслоения фаз водную фазу объединить с водной фазой, полученной в п.6. Органическую фазу отбросить.

9. К водной фазе добавить 50 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 5 минут.

10. К горячему раствору добавить 50 см³ насыщенного раствора NaCl. Пробу интенсивно перемешать.

11. К раствору добавить 10 моль/дм³ NaOH до величины pH 8,0 (по универсальной индикаторной бумаге). Пробу интенсивно перемешать до помутнения раствора, нагреть до кипения и кипятить 3 минуты.

12. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ кипящей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

13. К фильтрату добавить 50 см³ концентрированной HCl. Раствор нагреть до кипения, но не кипятить.

10.11. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

10.12. Ход анализа пробы майонеза.

1. Навеску пробы майонеза массой 100 г поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 дм³. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до получения гомогенного раствора.

2. К пробе добавить 100 см³ 6 моль/дм³ HCl, пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 15 минут.

3. К горячему раствору добавить 100 см³ этилового спирта и 75 см³ 10 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 мин. при периодическом перемешивании.

4. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

5. К фильтрату добавить 25 см³ насыщенного раствора NaCl и 75 см³ концентрированного раствора HCl. Пробу интенсивно перемешать до появления обильной пены, нагреть до исчезновения пены.

6. Горячий раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 50 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

10.13. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

11. МЕТОДИКА УСКОРЕННОГО РАДИОХИМИЧЕСКОГО ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЧЕТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОБЫ ЧАЯ, КОФЕ, СПЕЦИЙ.

11.1. Введение.

Чай, кофе, специи относятся к так называемым вкусовым веществам, которые, не обладая питательными свойствами, применяются для улучшения запаха и вкуса пищи. Все вкусовые вещества являются продуктами растительного происхождения и, следовательно, основным органическим веществом их служат углеводы: в листьях и плодах – клетчатка; в стеблях и корнях – целлюлоза, которая представляет собой клетчатку, инкрустированную лигнином и минеральными веществами. Среди минеральных веществ важная роль принадлежит натрию, калию и кальцию. Распределение этих элементов по различным частям растения неравномерно. Например, в листьях содержание кальция составляет почти 10% от сухого остатка, тогда как калий составляет лишь 2%. Поскольку химические свойства Cs-137 и Sr-90 аналогичны свойствам этих металлов, то можно ожидать, что они будут распределяться в растениях таким же образом.

Чай готовят из одно-, двух- и трехлистных молодых побегов – флешей, которые собирают с вечнозеленых кустарников (китайские сорта чая) или деревьев (индийские сорта чая). Различают байховые (рассып-

чатые) или прессованные чаи. Черный чай готовят путем завяливания листьев, их ферментации (сбраживания), высушивания. При приготовлении зеленого чая вместо завяливания и ферментации используют пропаривание листьев водяным паром, сохраняя зеленый цвет. Пропаренные листья затем скручивают и сушат. Прессованные черные чаи готовят из крошки хорошего качества, которую получают при сортировке байхового чая. Прессованные зеленые чаи готовят из грубых листьев, оставшихся после сбора сортового чая и зеленых стеблей. Важнейшими веществами чая, помимо клетчатки и минеральных веществ являются кофеин (2-4% от сухого веса), эфирные масла (~0,006%), дубильные вещества (12-16%), витамин С.

Для приготовления кофе используют семена кофейного дерева, находящиеся в его плодах. Эти семена называют кофейными бобами или зернами. Семена кофе обжаривают при 120-200°C в течение 25-30 минут. При этом зерна теряют в весе 18%, а объем их увеличивается в 1,5 раза. Зерна кофе содержат кофеин до 1,2% сухого веса, до 14% жира, до 10% сахара, дубильные вещества. Минеральные вещества составляют около 4%. При обжарке кофе происходит карамелизация сахара, что обуславливает черный цвет кофейного настоя. Однако главным результатом обжаривания кофейных зерен является образование кафеола – вещества, которое обуславливает появление кофейного аромата. Оно же используется при изготовлении кофезаменителей.

Специи или пряности – вещества, которые содержат эфирные масла, придающие им характерный запах. В качестве пряностей используют следующие части растений: семена (горчица, мускатный орех); плоды (анис, бадьян, ваниль, кориандр, перец, тмин, укроп); цветы (гвоздика, каперсы, шафран); листья (лавровый лист, майоран, чабер, укроп, петрушка, мята и др.); кора (корица); корни (имбирь, хрен, сельдерей, петрушка). Острый вкус пряностей обуславливается ароматическими эфирными маслами, входящими в их состав в небольшом количестве, не превышающем 1%, а основу их составляет основной строительный материал растительных клеток – углеводы.

Для высвобождения Cs-137 и Sr-90 из этого типа продуктов необходимо разрушить углеводную основу с помощью щелочного гидролиза гликозидной связи.

Вся процедура проводится в три этапа:

— гидролиз гликозидных связей углеводов 1 моль/дм³ NaOH;

— соосаждение Cs-137 с феррицианидом цинка;

— соосаждение с оксалатом кальция оксалатов Sr-90 и Y-90 с сохранением в счетном образце степени p/α равновесия этих p/α , сложившегося в счетном образце к моменту анализа.

Продолжительность анализа 1,5-2 часа.

11.2. Ход анализа пробы чая, кофе или специй.

1. Навеску пробы массой 50 г измельчить и поместить в коническую термостойкую колбу емкостью 2 л.
2. Добавить 100 см³ 0,6 моль/дм³ NaCl. Пробу интенсивно перемешать до полного смачивания.
3. Добавить 200 см³ 2,5 моль/дм³ NaOH. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 15 мин. при периодическом перемешивании.
4. К горячей пробе осторожно добавить 100 см³ концентрированной HCl. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить в течение 10 минут.

5. Горячий раствор отфильтровать через складчатый бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промыть 100 см³ горячей дистиллированной воды. Осадок вместе с фильтром отбросить.

6. К фильтрату добавить 50 см³ 6 моль/дм³ HCl и 3 см³ концентрированной H₂O₂. Пробу интенсивно перемешать, нагреть до кипения и кипятить до прекращения вспенивания.

11.3. Анализ фильтрата (см. раздел 2.3.).

12. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ.

1. Хлористоводородная кислота, 6 моль/дм³.

В мерную колбу емкостью 1 дм³ поместить 300 см³ дистиллированной воды. Добавить 457 см³ концентрированной HCl плотностью 1,198 г/см³, перемешать. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

Хранить раствор в стеклянной посуде с притертой пробкой.

2. Хлористоводородная кислота, 2 моль/дм³.

В мерную колбу емкостью 1 дм³ поместить 300 см³ дистиллированной воды. Добавить 152 см³ концентрированной HCl плотностью 1,198 г/см³, перемешать. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

Хранить раствор в стеклянной посуде с притертой пробкой.

3. Натрия гидроксид, 10 моль/дм³.

Навеску NaOH массой 400 г перенести в мерную колбу емкостью 1 дм³. Колбу с навеской поместить на водяную баню с проточной холодной водой. Добавить 500 см³ дистиллированной воды. Раствор перемешивать на водяной бане до полного растворения порошка и охлаждения раствора до комнатной температуры. Объем охлажденного раствора довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой пробкой.

4. Натрия гидроксид, 5 моль/дм³.

Навеску NaOH массой 200 г перенести в мерную колбу емкостью 1 дм³. Колбу поместить на водяную баню с проточной холодной водой. Добавить 500 см³ дистиллированной воды. Раствор перемешивать на водяной бане до полного растворения порошка и охладить до комнатной температуры. Объем охлажденного раствора довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой пробкой.

5. Натрия гидроксид, 2,5 моль/дм³.

250 см³ 10 моль/дм³ NaOH поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой пробкой.

6. Натрия гидроксид, 1 моль/дм³.

100 см³ 10 моль/дм³ NaOH поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой пробкой.

7. Натрия хлорид, 6 моль/дм³.

Навеску кристаллического NaCl массой 35 г поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Добавить 700 см³ дистиллированной воды, перемешать и слегка подогреть до полного растворения порошка. Раствор охладить до комнатной температуры и довести его объем до метки дистиллированной водой.

8. Натрия хлорид, 0,6 моль/дм³.

100 см³ 6 моль/дм³ NaCl поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

9. Цинка нитрат, 0,3 моль/дм³.

Навеску кристаллического Zn(NO₃)₂·6H₂O массой 89,22 г поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Добавить 700 см³ дистиллированной воды, перемешать до полного растворения порошка. Довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в темной посуде с плотно закрытой пробкой

10. Калия гексацианоферрат (III), 0,2 моль/дм³ (красная кровяная соль).

Навеску кристаллического K₃Fe(CN)₆ массой 45,62 г поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Добавить 700 см³ дистиллированной воды, перемешать до полного растворения порошка. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в темной посуде с плотно закрытой пробкой.

11. Кальция хлорид, 1 моль/дм³ по иону Ca²⁺.

Навеску кристаллической CaO массой 56 г поместить в мерную колбу емкостью 1 дм³. Добавить 350 см³ 6 моль/дм³ HCl, перемешать до полного растворения порошка. Объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранить в стеклянной посуде с притертой пробкой.

12. Аммония гидроксид.

Использовать концентрированный раствор.

13. Водорода пероксид, 33%.

Использовать концентрированный раствор.

14. Этиловый спирт, 96°.

Можно использовать денатурированный спирт.

ЛИТЕРАТУРА.

1. Цезий, Сборник статей под редакцией В.Е.Плющева, М., Из-во иностранной литературы, 1963, с.410-414.
2. Н.С.Полужков, В.Т.Мищенко и др., Аналитическая химия стронция, М., Наука, 1978, с.38-39.
3. Д.И.Рябчиков, В.А.Рябухин, Аналитическая химия редкоземельных элементов и иттрия, М., Наука, 1966, с.66-71.
4. Товароведение пищевых продуктов, М., Экономика, 1983.
5. И.М.Анисимова, В.В.Лавровская, Ихтиология, М., Высшая школа, 1983.
6. И.А.Шеханова, Радиоэкология рыб, М., Легкая и пищевая промышленность, 1983.
7. Б.И.Збарский, И.И.Иванов, С.Р.Мардашев, Биологическая химия, М., Медицина, 1965.
8. В.И.Добрынина, Биологическая химия, М., Медицина, 1976.
9. А.М.Гродзинский, Д.М.Гродзинский, Краткий справочник по физиологии растений, Киев, Из-во Наукова думка, 1973.
10. Гистология, под редакцией В.Г.Елисеева, М., Из-во медицинской литературы, 1963.
11. Derived international levels for radionuclides in food, World Health Organization, Geneva, 1988.
12. Белки. Химия белковых соединений, под редакцией Г.Нейрата и К.Бейли, т.1, М., Из-во иностранной литературы, 1956.
13. И.К.Кочетков, А.Ф.Быков и др., Химия углеводов, М., Химия, 1967.
14. А.Е.Чичибабин, Основные начала органической химии, М., Л-д, Госхимиздат, 1953.
15. Установление структуры органических соединений физическими и химическими методами, М., Химия, 1967.