

УДК 664.951.014:543

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОЛОВА В РЫБЕ И РЫБНЫХ ПРОДУКТАХ

А. Н. Головин, С. Г. Кириченко

В настоящее время имеется несколько методов определения содержания олова в пищевых продуктах: титрометрический, полярографический, комбинированный, хроматографический, спектрофотометрический, колориметрический с использованием дитиола и др. Одни из них трудоемки и длительны (например, титрометрический), а другие связаны с использованием дефицитных и вредных веществ (например, полярографический). В рыбе и рыбных продуктах содержание олова определяют либо титрометрическим, либо полярографическим методом.

Применительно к рыбному сырью проверен колориметрический метод определения содержания олова с кверцетином. Этот метод, достаточно точный и простой, не предусматривает использования ядовитых реактивов и основан на образовании комплексного соединения четырехвалентного олова с кверцетином, окрашенного в желтый цвет.

Навеску исследуемого образца массой около 5 г, взятую с точностью 0,01 г измельченную без использования металлических предметов, помещают в колбу Кьельдаля емкостью 250 мл для минерализации, добавляют 2 мл концентрированной серной кислоты и 10 мл концентрированной азотной кислоты. Как только содержимое колбы начнет темнеть, приливают 3—5 мл азотной кислоты. В конце минерализации, когда содержимое колбы становится светло-коричневым, ее охлаждают, осторожно добавляют 2 мл концентрированной перекиси водорода (30%-ная пергидроль) и смесь снова нагревают до появления белых паров трехоксида серы. Минерализованный остаток должен быть бесцветным или светло-желтым. После охлаждения в колбу приливают небольшое количество воды и через бумажный фильтр переливают содержимое в мерную колбу емкостью 50 мл, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Для проведения цветной реакции в мерный цилиндр с притертой пробкой емкостью 50 мл вносят 0,5—2,0 мл (в зависимости от содержания олова в образце) исследуемого раствора, 1—2 капли универсального индикатора и очень осторожно нейтрализуют 5%-ным раствором едкого натрия. Объем жидкости в цилиндре доводят дистиллированной водой до 10 мл, затем добавляют 5 мл 3%-ного раствора соляной кислоты, 10 мл насыщенного раствора тиомочевины, 5 мл 0,2%-ного раствора кверцетина, объем доводят до метки этиловым спиртом и осторожно перемешивают содержимое цилиндра.

Через 20 мин измеряют интенсивность появившейся желтой окраски на спектрофотометре при $\lambda = 437$ мкм по сравнению с контролем, одинаково приготовленным, но содержащим вместо исследуемого разбавленного раствора минерализата дистиллированную воду.

Количество олова, соответствующее определенной оптической плотности, устанавливают по калибровочному графику, для построения которого в мерные цилиндры вносят 0,1—0,8 мл стандартного раствора, содержащего 0,1 мг/мл олова, и обрабатывают по той же методике. Конечный объем раствора 50 мл.

Содержание олова (в мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{c \cdot 50 \cdot 1000}{m \cdot v}$$

где c — концентрация олова, найденная по калибровочному графику, мг;

50 — объем разбавленной минерализованной навески, мл;

1000 — коэффициент пересчета содержания олова на 1 кг продукта;

v — объем раствора олова, взятый для цветной реакции, мл;

m — масса исследуемого образца, г.

Содержание олова в некоторых исследованных образцах рыбы, полученное колориметрическим методом, приведено ниже (в мг/кг)

Макрурус	174,6
Ставрида	166,80
Килька	120,0

Проверка предлагаемого метода определения содержания олова методом «добавок» показала, что обнаружение его составляет 93%.

Точность метода, достаточная чувствительность (0,02 мг/мл) и быстрота позволяют рекомендовать его промышленности.

THE APPLICATION OF COLORIMETRIC METHOD TO DETERMINATION OF THE LEAD CONTENT IN FISH AND FISH PRODUCTS

Golovin A. N., Kirichenko S. G.

Summary

The colorimetric method using quercetin for determination of the lead content was applied to fresh fish for the first time. The procedure is adequately accurate and simple and can be recommended for use.