

ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ ФОСФОРА В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

М. С. Островская, В. Л. Рыженко, М. И. Штокало, канд. хим. наук,

В. Н. Кошная, канд. техн. наук,

Г. Н. Козиянчук, студентка

Для определения фосфора в пищевых продуктах наиболее часто используют фотометрическое определение в виде молибденовой сини, основанное на восстановлении молибдофосфорной гетерополикислоты [3, 5,8]. Однако это определение, хотя и высокочувствительное, дает нестабильные результаты, которые в основном обусловлены непостоянным составом молибденовой сини [1,7]. Для получения единственной формы гетерополикислоты требуется строгое соблюдение условий.

В последние годы в аналитической практике для определения фосфора все чаще используется образование ванадомолибдофосфорной кислоты, окрашенной в интенсивно желтый цвет [1, 4, 6, 7]. Этот метод уступает определению по сини в чувствительности, но превосходит его в скорости и надежности результатов. Кроме того, нет необходимости очень строгого контроля условий проведения реакции.

Еще одной группой гетерополисоединений являются соли гетерополикислот с основными красителями (ОК). При этом анион гетерополикислоты образует ионный ассоциат с катионом основного красителя. Полученное соединение весьма интенсивно окрашено. Однако отделение его от основного красителя обычно применявшимися методами экстракции и флотации оказалось малоэффективным и поэтому метод не нашел широкого применения. В самые последние годы отделение ионного ассоциата ГПК с ОК предложили осуществлять центрифугированием. При этой операции ионный ассоциат количественно отделяется от избытка

основного красителя [2]. Ионный ассоциат растворяют в ацетоне. Реакция характеризуется очень высокой чувствительностью ($E=4 \cdot 10^5$).

Именно эту реакцию мы и применили для анализа некоторых пищевых продуктов с малым содержанием фосфора (пиво, безалкогольные напитки)

Реагенты и растворы. Стандартный раствор фосфора с титром 10 мкг/мл готовили из высушенного при 105°C $\text{K}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Навеску фосфата калия переносили в мерную колбу на 1 л, растворяли в воде и доводили объем раствора до метки водой, ($T=0,1$ мг/мл P). Из этого раствора перед определением готовили раствор нужной концентрации.

0,024 М раствор $\text{NaMoO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ и 0,1%-ный водный раствор малахитового зеленого (МЛЗ) готовили по точным навескам.

Содержание фосфора в продуктах питания

Продукт	Количество мг на 100 г продукта
Пиво Жигулевское	16
Боржоми	5,5
Напиток Колос	0,125
Напиток Апельсин	Следы
Росинка	0,08

Построение градуированного графика. В центрифужные пробирки помещали различные количества стандартного раствора фосфора от 1 до 10 мкг, добавляли 1 мл 1 М раствора HNO_3 , 0,5 мл 0,024 М раствора молибдата, 1 мл 0,1 % МЛЗ и доводили водой до 10 мл, перемешивая палочкой до выделения хлопьев, Проводили центрифугирование на электрической центрифуге при 3000 оборотов в минуту в течение 2 мин. На дне пробирки собирается небольшой плотный осадок, над которым находится совершенно прозрачный центрифугат. Последний сливали, осадок промывали водой, опять центрифугировали и

слипали промывную жидкость. Осадок растворяли в 10 мл ацетона, переносили в мерную колбу на 25 мл и доводили до метки водой. После перемешивания раствор фотометрировали на ФЭК-56 в кювете 1 см при светофильтре № 8 относительно раствора холостого опыта.

Анализ образцов проводили в основном после сухого сжигания.

Для этого 5 мл пива или безалкогольного напитка помещали в фарфоровый тигель и выпаривали досуха на песчаной бане. Тигли переносили в муфельную печь и, постепенно повышая температуру, сжигали до получения белой золы ($t=500^{\circ}$ и не более). Зола охлаждалась, растворяли в 2 мл 1 н соляной кислоты, разводили водой и фильтровали в мерную колбу на 100 мл, доводили до метки и перемешивали. Отбирали 1 мл полученного фильтрата при анализе пива и 2 мл в случае безалкогольного напитка, как указано при построении градуированного графика.

При определении фосфора в пиве мокрым сжиганием 1 мл пива помещали в колбу Кьельдаля, добавляли 2 мл концентрированной H_2SO_4 и 1 мл концентрированной HNO_3 , кипятили, добавляя по каплям HNO_3 до тех пор, пока жидкость становилась прозрачной и бесцветной. Затем раствор охлаждали, добавляли 5 мл воды и кипятили для удаления окислов азота. Охлажденный раствор переносили в мерную колбу на 50 мл. Отбирали 1 мл пробы и далее поступали, как при построении градуировочного графика.

Результаты определения фосфора в некоторых продуктах приведены в таблице.

Следовательно, для анализа пищевых продуктов можно рекомендовать высокочувствительную реакцию образования ионного ассоциата молибдофосфорной гетерополикислоты с основным красителем малахитовым зеленым.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Бойко *А.К.*, Пилипченко *А.Т.* Фотометрический анализ: Методы определения металлов . - М.: Химия, 1974.— 360 с