

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ФОСФОРА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

М.В. Петровичева, Ю.Н. Архангелова, М.А. Феофанова

ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет», г. Тверь

В представленной статье предложена разработка оптимального метода пробоподготовки мокрым озолением при определении фосфора в различных пищевых продуктах. Проведены сравнительные исследования методов пробоподготовки сухим и мокрым озолением в различных видах пищевых продуктов, выполнены расчеты и статистический обсчет данных, полученных в ходе эксперимента.

Ключевые слова: определение фосфора в различных пищевых продуктах, пробоподготовка по методам сухого и мокрого озоления.

Введение

Здоровое питание является основой здоровья человека и всех живых существ. Для полноценного развития организма и построения клеточных структур органов необходима сбалансированная пища, богатая различными веществами, такими как белки, жиры, углеводы, а также витамины, микро- и макроэлементы, которые являются источниками энергии, роста и развития организма, а также способствуют ему противостоять бактериям и вирусам.

Для поддержания основных функций организма особую роль играют макроэлементы, которые могут содержаться в пище в разных количествах. Например, такой макроэлемент как фосфор. Большую часть которого человек получает из продуктов, которые потребляет. Так фосфор, участвует в процессах роста, поддержания и восстановления всех тканей и клеток организма, а его взаимодействие с кальцием, и оптимальный баланс между ними необходим для нормальной плотности костной ткани и профилактики остеопороза.

Однако, наряду с его полезными свойствами, существует обеспокоенность по поводу чрезмерного потребления фосфора и как следствие влияния на здоровье. Давно стало известно, что переизбыток фосфора может вызывать различные патологии, особенно у людей с нарушением функции почек, так как он очень медленно может выводиться из организма, иметь накопительный эффект и приводить к различным заболеваниям. [1]. Таким образом, стоит уделять особое внимание информации о содержании фосфора в различных продуктах. В

большинстве случаев информация о наличии таких соединений фосфора, как пирофосфатов и полифосфатов не раскрывается производителями, что может вводить в заблуждение потребителей и ставить под сомнение безопасность их использования [2]. Процесс контроля качества и анализа содержания фосфора в пищевых продуктах подразумевает внимание к множеству факторов, включая методику пробоподготовки, выбор метода анализа, интерпретацию результатов и соблюдение установленных стандартов.

Так, пробоподготовка является решающим этапом в процессе анализа фосфора в пищевых продуктах, поскольку она влияет на точность и надежность получаемых результатов. В то же время, неправильная подготовка проб может привести к значительным ошибкам в определении концентрации фосфора, что, в свою очередь, влияют на достоверность результатов. Методики пробоподготовки могут включать в себя различные стадии, например, такие как сушка, измельчение и экстракция фосфора из матрицы образца [3]. Важно учитывать, что разные пищевые продукты требуют индивидуального подхода к пробоподготовке для обеспечения максимального извлечения фосфора.

Методы пробоподготовки так же должны соответствовать установленным стандартам, что позволит избежать ошибок, связанных с анализом.

В связи с вышесказанным, выбор метода и пробоподготовки при определении фосфора в пищевых продуктах на сегодняшний день является важной задачей, требующей тщательного рассмотрения различных подходов и технологий, которые и будут рассмотрены ниже. А также, полученные результаты исследований могут стать основой для дальнейших разработок в области контроля качества пищевых продуктов и их безопасности, что подчеркивает значимость и актуальность данной работы.

Цель работы: апробация метода пробоподготовки мокрым озолением в различных пищевых продуктах.

На основании стандартизированной методики МУК 4.1.3217-14 «Метод определения фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье» в экспериментальной части будут проведены исследования по определению фосфора в различных пищевых продуктах с пробоподготовкой по методу сухого озоления и предлагаемого метода мокрого озоления, который позволит в дальнейшем значительно ускорить время проведения анализа, сделает его более удобным, что поможет лабораториям работать с большими объемами поступающих разнообразных проб пищевых продуктов [4].

Экспериментальная часть

В работе были использованы 3 группы пищевых продуктов: молочные продукты, мясные продукты и продукты переработки овощей. А именно, творог 9%, колбаса докторская и горошек зеленый консервированный.

Все исследования проводились в параллелях для получения более достоверного и правильного результата.

Перед началом анализа все пробы были измельчены до однородной массы.

Для обеспечения правильности и достоверности проведения пробоподготовки и дальнейшего определения фосфора в выбранных пищевых продуктах использовали стандартный образец пищевого продукта с известной концентрацией содержания фосфора 200 мг/100г.

Реактивы и вспомогательное оборудование для построения графика и проведения исследования:

Для проведения эксперимента пробоподготовки по методу мокрого озоления было использовано следующее оборудование:

-минерализатор Speed Digester k-436, состоящий из нагревательного блока, всасывающего модуля для удаления опасных газов и паров, который соединен со скрубером, нейтрализующим эти пары, что позволяет уменьшить вредные воздействия вредных паров на организм человека, а также позволяющий значительно сокращать время проведения пробоподготовки, имеющий быстрый нагрев, оборудованный термостатом и обеспечивающий контролируемый нагрев благодаря нескольким уровням нагрева;

-весы;

-спектрофотометр КФК-3КМ при длине волны равной 436 нм в кюветах 10 мм;

-раствор соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм³;

-основной стандартный раствор фосфора массовой концентрации 1 г/дм³;

-раствор аммония ванадиевокислого массовой концентрации 2,5 г/дм³;

-раствор аммония молибденовокислого массовой концентрации 100 г/дм³;

Построение градуировочного графика.

На основании внесенных данных (концентраций и полученных значений оптических плотностей) и выполненных расчетов программа автоматически построила график. Где по оси абсцисс-концентрация фосфора (С) в мкг, а по оси ординат-оптическая плотность.

Таблица 1.
Массовая концентрация фосфора и полученные оптические плотности

п/п	С	Оптическая плотность (Д)					
		Д1	Д2	Д3	Д4	Д5	Д6
1	100	0,076	0,075	0,081	0,079	0,082	0,078
2	200	0,156	0,155	0,160	0,158	0,161	0,157
3	300	0,232	0,238	0,239	0,235	0,233	0,237
4	400	0,303	0,307	0,310	0,311	0,305	0,301
5	500	0,387	0,376	0,389	0,382	0,378	0,384
6	600	0,471	0,469	0,465	0,467	0,463	0,470

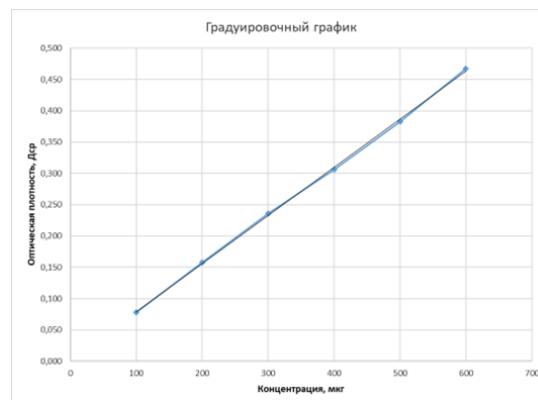


Таблица 2.
Контроль стабильности градуировочных характеристик

K	D ₀	D _{max}	D _{min}	R ₂
0,00077	0,0024	0,461	0,077	0,9994

Полученное уравнение градуировочного графика будем использовать для обсчета результатов исследования:

$$m = \frac{\text{ОП} - D_0}{K} \Rightarrow m = \frac{\text{ОП} - 0,0024}{0,00077}$$

После построения градуировочного графика была проведена минерализация.

Для проверки работоспособности предлагаемого метода мокрой минерализации был взят стандартный образец пищевой продукции с заведомо известным содержанием фосфора – 200 мг/100г. Для этого была проведена серия исследований стандартного образца и по результатам анализа произведен расчет.

Ход анализа:

1. Пробоподготовка.

1.1 В колбы Кельдаля взяли необходимое количество навесок стандартного образца. (20 навесок в параллелях).

После чего, во все колбы добавили по 2 таблетки катализатора на основе сульфата калия и сульфата меди, и по 20 см³ серной кислоты концентрированной.



Рис. 1. Минерализатор

Разложение пробы проводили до тех пор, пока жидкость не стала прозрачной или светло голубовато-зеленоватого цвета, обращали внимание чтобы жидкость в колбе после охлаждения до комнатной температуры не меняла цвет на более темный. (Рис.2)



Рис. 2. Пробы после охлаждения

А для контроля качества реактивов параллельно приготовили холостую пробу. Для этого, в колбу добавили только реактивы необходимые для проведения анализа.

Ход анализа:

1.2 Колбы с содержимым поместили в заранее прогретый минерализатор (рис. 2) после 30 минут прогрева, примерно при температуре 130-150°C, затем постепенно увеличили нагрев до 450°C и продолжили минерализацию, контролируя кипение, не допуская избыточного выплескивания разогретой пробы, в течение еще 60-120 минут до полного разложения образца.

Добавили 40 см³ дистиллированной воды, затем содержимое из колб Кельдаля количественно перенесли в мерные колбы на 100 см³, промывая водой по 10 см³, довели до метки дистиллированной водой и тщательно перемешали содержимое.

После чего из полученных растворов, в мерную колбу вместимостью 50 см³(V) поместили точное количество аликовты (V1) равное 4,0 см³, добавили дистиллированную воду 10 см³ и 10 см³ смешанного реагента, состоящего из равных объемов раствора аммония ванадиевокислого массовой концентрации 2,5 г/дм³ и раствора аммония молибденовокислого массовой концентрации 100 г/дм³, и довели объем до метки дистиллированной водой. Все растворы тщательно перемешали и выдержали в темном месте в течение 30 минут.



Рис. 3. Растворы перед измерением

Затем, измерили оптическую плотность (ОП) растворов по сравнению с холостой пробой.

Далее обсчитали контроль точности полученных результатов измерений предлагаемой методики на основании стандартного образца.

Полученные результаты лабораторных значений в относительных единицах приведены в таблице 3.

Таблица 3
Сравнительные результаты в относительных величинах

Расчетные величины	Экспериментальные значения	Значения по методике
$\sigma_{r,m}$ (отн)	0,82	10,00

$\sigma_{R,m}$ (отн)	1,05	14,00
$\pm\Delta_{c,m}$ (отн)	5,68	-
$\pm\Delta_m$ (отн)	6,04	28,00

Таблица 4

Значения пределов повторяемости и внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности $P=0,95$

Наименование данных	Предел повторяемости (для двух результатов измерений) r , %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) R , %
Экспериментальные значения	2,27	2,91
Значения по методике	28	39

Выводы: Значения повторяемости, промежуточной прецизионности, точности в лаборатории не превышают значения аттестованной методики. Экспериментальные значения обладают большей точностью, чем значения в методике.

Проведение исследования на выбранных пищевых продуктах

Затем провели эксперимент на выбранных пищевых продуктах в сравнении методом сухого озоления и предлагаемым методом мокрого озоления.

В работе использованы 3 группы пищевых продуктов: молочные продукты, мясные продукты и продукты переработки овощей. А именно, творог 9%, колбаса докторская и горошек зеленый консервированный.

Все исследования проводились в параллелях для получения более достоверного и правильного результата.

Перед началом анализа все пробы были измельчены до однородной массы.

Таблица 5
Масса навесок «сухое» озоление

№ пробы	Наименование пробы	Масса навески сухое озоление, г	
		M1	M2
1	творог 9%	1,5000	1,5000
2	колбаса докторская	5,0000	5,0000
3	горошек зеленый	25,0000	25,0000

Проведена минерализация по методу сухого озоления по МУК 4.1.3217-14.

А для проведения предлагаемого метода пробоподготовки мокрым озолением были взяты следующие навески:

Таблица 6
Масса навесок «мокрое» озоление

Наименование пробы	Масса навески M ₁ , г	Масса навески M ₂ , г
творог 9%	1,5000	1,5000
колбаса докторская	2,5000	2,5000
горошек зеленый	12,5000	12,5000

Результаты и их обсуждение

Полученные значения оптических плотностей (ОП) по методу сухого и мокрого озоления и найденная масса фосфора (m) в мкг по градуировочному графику отображены в табл.7.

Таблица 7.
Оптические плотности и масса фосфора, найденная по градуировочному
графику

Наименование образца	Сухое озоление				Мокрое озоление			
	ОП ₁	ОП ₂	m ₁	m ₂	ОП ₁	ОП ₂	m ₁	m ₂
Творог 9%	0.126	0.128	160.5	163.1	0.095	0.096	120.3	121.6

Колбаса докторская	0.489	0.492	631.9	635.8	0.146	0.150	186.5	191.7
Горошек зеленый	0,420	0.430	542,3	555,3	0,260	0.256	334,5	329,4

Таблица 8.

Значения массовой доли фосфора, С, мг/100г

Наименование образца	Сухое озоление			Мокрое озоление		
	C ₁	C ₂	C _{ср}	C ₁	C ₂	C _{ср}
Творог 9%	133.8	135.9	134.8	160.3	162.1	161.2
Колбаса докторская	158.0	159.0	158.5	190,2	191.7	189.1
Горошек зеленый	54,2	55,5	54,9	66,9	65,9	66,4

Сравнительный анализ полученных данных с пробоподготовкой по методу сухого озоления и предлагаемому методу мокрого озоления показал хорошую воспроизводимость и сходимость для обоих вариантов. Однако по методу мокрого озоления результаты в среднем на 17% выше, из чего мы можем сделать вывод, что разложение матрицы пищевого продукта происходит с меньшими потерями, чем по методу сухого озоления. Это говорит нам о возможности использования предлагаемого метода мокрого озоления при проведении пробоподготовки для определения фосфора в выбранных нами категориях продуктов и поможет значительно сократить проведение этого этапа и анализа в целом, а также повысить точность.

Заключение

Результаты, полученные в данной статье, показывают, что метод пробоподготовки сухого озоления иногда не способен обеспечить полное разложение матрицы пищевого продукта. Так как при использовании такого метода могут возникать потери при высокой температуре и длительном сжигании, загрязнение материала тигля пылью из воздуха лаборатории. А также возможна потенциальная потеря летучих элементов и более низкая точность по сравнению с мокрым озолением. В случае использования предлагаемого в данной работе метода содержание фосфора выше, по сравнению с данными, полученными по методу сухого

озоления. Что свидетельствует об эффективности разложения пищевого продукта выше, чем по методу сухого озоления. Предлагаемый метод мокрого озоления по времени занимает значительно меньше времени, чем метод сухого озоления. Для оценки качества метода пробоподготовки мокрого озоления были рассчитаны его метрологические характеристики. Полученные данные показали, что предложенный метод мокрого озоления существенно снижает погрешность определения, увеличивает воспроизводимость, а также значительно уменьшает время пробоподготовки проб. Таким образом, можно выделить основные достоинства предлагаемого метода мокрого озоления: сокращения времени проведения анализа, что делает этот метод подходящим для лабораторий, выполняющих большой объем исследований. Эффективность метода; универсальность, так как данный метод можно применять для различных видов пищевых продуктов; способность минимизировать потери летучих веществ.

Список литературы:

1. Брейтбург А.М. Физиология питания / А.М. Брейтбург // учебник. Москва, 1955. – с. 304;
2. Технический регламент Таможенного союза 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»;
3. Стейтем Б. Чем нас травят? Полный справочник вредных, полезных и нейтральных веществ, которые содержатся в пище, косметиках, лекарствах / Б. Стейтем // справочник. Санкт-Петербург, 2010. – с. 319;
4. МУК 4.1.3217-14 «Метод определения фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье» URL <https://gostassistant.ru/doc/d0ceec95e-ceb9-4f59-9f39-45fae0e769f9>;

Об авторах:

ПЕТРОВИЧЕВА Марина Владимировна – магистр химико-технологического факультета, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д. 35); e-mail: marina-sd@mail.ru

АРХАНГЕЛОВА Юлия Николаевна – магистр химико-технологического факультета, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д. 35); e-mail: yuliaarha11@mail.ru

ФЕОФАНОВА Мариана Александровна – кандидат химических наук, доцент неорганической и аналитической химии, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д. 35); e-mail: m000371@mail.ru

OPTIMIZATION OF SAMPLE PREPARATION CONDITIONS FOR THE DETERMINATION OF PHOSPHORUS IN FOOD PRODUCTS

М. В. Petrovicheva, Y. N. Arkhangelova, M.A. Feofanova

Tver State University, Tver

In the presented article, the development of an optimal method of wet ozonation sample preparation for the determination of phosphorus in various food products is proposed. Comparative studies of dry and wet ozonation sample preparation methods in various types of food products have been carried out, calculations and statistical calculations of the data obtained during the experiment have been performed.

Keywords: *determination of phosphorus in various food products, sample preparation using dry and wet ozonation methods.*

Дата поступления в редакцию: 03.11.2025.

Дата принятия в печать: 07.11.2025.