

Oznaczanie zawartości fosforu i soli kuchennej w produktach wysokoprzetworzonych

I. Oznaczanie zawartości fosforu

1. Próbkę do badań odpowiednio rozdrobnić, odważyć 5 g (w dwóch powtórzeniach) do tygli. Próbkę zwęglić na kuchence elektrycznej, a następnie spopielić w temperaturze nie wyższej niż 550°C przez około 12 godz.
2. Otrzymany popiół roztworzyć w 5 ml kwasu azotowego. Przykryć tygiel szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej aż do wrzenia. Pozostawić do ostudzenia. Przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 50 ml. Rozcieńczyć wodą do kreski i przesączyć przez karbowany sączek.
3. Sporządzić rozwór pośredni fosforu o stężeniu 100 µg/ml: odmierzyć 5 ml roztworu podstawowego fosforu (o stężeniu 2 mg/ml) do kolby miarowej o pojemności 100 ml, dopełnić wodą dejonizowaną do kreski, wymieszać.
4. Przy użyciu pipety do czterech kolb miarowych o pojemności 50 ml odmierzyć 10 ml odczynnika barwiącego. Dodać do każdego roztworu odpowiednio: 0; 2,5; 10 i 20 ml roztworu pośredniego fosforu (co odpowiada stężeniom: 0, 5, 20 i 40 µg/ml). Rozcieńczyć wodą dejonizowaną do kreski i wymieszać. Pozostawić na 15 min.
5. Zmierzyć absorbancję roztworów standardowych fosforu przy długości fali 430 nm wobec roztworu odniesienia (roztwór o stężeniu 0 µg/ml fosforu) używając spektrofotometru Cary 50. Pomiar dla każdego roztworu wykonać trzykrotnie. Sporządzić wykres zależności wartości absorbancji roztworów od ich stężeń. Wyznaczyć prostą jak najbardziej dopasowaną do punktów i przechodzącą przez początek układu współrzędnych.
6. Do kolby miarowej o pojemności 50 ml dodać pipetą 10 ml odczynnika barwiącego, a następnie od 2 do 5 ml roztworu badanej próbki. Rozcieńczyć wodą dejonizowaną do kreski i wymieszać. Pozostawić na 15 min.
7. Zmierzyć absorbancję przy długości fali 430 nm w szklanej kuwecie używając spektrofotometru Cary 50. Pomiar dla każdej próbki wykonać trzykrotnie.
8. Z krzywej kalibracyjnej obliczyć stężenie fosforu, a następnie przeliczyć na stężenie fosforu w badanej próbce.

II. Oznaczanie zawartości soli kuchennej

1. Z rozdrobnionej próbki mięsa lub przetworów mięsnych odważyć na wadze laboratoryjnej około 2 g z dokładnością do 0,01 g i przenieść do kolby stożkowej o pojemności 250 ml. Następnie dodać około 100 ml gorącej wody destylowanej i ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej przez około 15 minut, mieszając od czasu do czasu.
2. Po przestygnięciu dodać 5 kropli nasyconego roztworu K₂CrO₄ i miareczkować mianowanym 0,1 molowym roztworem AgNO₃ do momentu uzyskania pomarańczowego zabarwienia nie znikającego przez 30 sekund.
3. Zawartość soli kuchennej (X) wyrażone w procentach obliczyć na podstawie wzoru:

$$X = \frac{0,5850 \cdot a}{b}$$

gdzie:

a – objętość zużytego 0,1 molowego roztworu AgNO₃ [ml]; b – masa odważki [g].